

PONTIFICIA UNIVERSIDAD CATÓLICA DEL ECUADOR
FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS Y NATURALES
ESCUELA DE CIENCIAS QUÍMICAS

Desarrollo y caracterización de compósitos de carbón activado-vidrio para la recuperación
de oro

Disertación previa a la obtención del título de Licenciado en Ciencias Químicas con
mención en Química Analítica

DANIEL ALEJANDRO DÍAZ CHECA

Quito, 2015

CERTIFICACIÓN

Certifico que la disertación de Licenciatura en Ciencias Químicas con mención en Química Analítica, del candidato Daniel Alejandro Díaz Checa, ha sido concluida de conformidad con las normas establecidas, por lo tanto puede ser presentada para la calificación correspondiente.

Fecha:

Ing. Ernesto de la Torre Chauvín

DEDICATORIA

A mis padres, porque todo lo bueno

en mi se los debo a ustedes.

AGRADECIMIENTOS

A mis padres y mi hermana, por siempre haberme dado su amor y apoyo durante toda mi vida, y ser los mejores ejemplos a seguir.

A mi director de tesis, Ing. Ernesto de la Torre quien confió en mí para la realización de este proyecto, y por todos los conocimientos compartidos a lo largo de la carrera.

A todos mis profesores, quienes me han brindado sus conocimientos e inspirado a seguir estudiando en el largo camino de la Química.

Al personal del DEMEX, por haberme brindado su ayuda y los medios necesarios para culminar este proyecto.

A María Judith Terán, por haber sido mi apoyo y haberme dado los momentos más felices.

A mis amigos: Vito, Deby, Charlie, Sofy y demás compañeros de clases con quienes compartí a lo largo de nuestra carrera.

TABLA DE CONTENIDOS

	PÁGINA
PRELIMINARES	i
RESUMEN	1
ABSTRACT	3
INTRODUCCIÓN	5
CAPÍTULO I	8
1. MARCO TEÓRICO	8
1.1. CARBÓN ACTIVADO	8
1.1.1. Materias primas	11
1.1.2. Producción de carbón activado	12
1.1.3. Proceso de adsorción	13
1.1.4. Isotermas de adsorción	14
1.1.4.1. Isoterma de Langmuir	15
1.1.4.2. Isoterma BET	16
1.1.4.3. Isoterma de Freundlich	16
1.1.5. Aplicaciones del carbón activado	17
1.2. EL ORO	18
1.2.1. Recuperación de oro	19
1.2.2. Proceso de lixiviación	20
1.2.3. Técnica de Carbón en Pulpa	22
1.3. EL VIDRIO	24
1.3.1. Definición	24

1.3.2. Temperatura de transición vítrea	24
1.3.3. Estructura de los vidrios inorgánicos	25
1.3.4. Composición de los vidrios inorgánicos	27
1.3.5. Clases de vidrios	29
1.3.5.1. Sílice fundida	30
1.3.5.2. Vidrios de sosa-cal	31
1.3.5.3. Vidrios de borosilicato	32
1.3.5.4. Vidrios de plomo	34
1.3.6. Materias primas para la fabricación de vidrios	34
CAPÍTULO II	37
2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	37
2.1. DETERMINACIÓN DE LA COMPOSICIÓN PORCENTUAL Y TEMPERATURA NECESARIA PARA LA FORMACIÓN DE VIDRIO	37
2.2. EVALUACIÓN DE LA MÍNIMA CANTIDAD DE CARGA FUNDENTE PARA RECUBRIR CARBÓN ACTIVADO	38
2.3. DESARROLLO DE COMPÓSITOS DE CARBÓN ACTIVADO-VIDRIO	40
2.4. CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA Y ESTRUCTURAL DE LOS COMPÓSITOS DESARROLLADOS	41
2.4.1. Dureza	42
2.4.2. Índice de yodo	44
2.4.3. Humedad	46
2.4.4. Cenizas	47
2.4.5. Material volátil	49
2.4.6. Carbono fijo	50
2.4.7. Estructura interna	50

2.4.8. Capacidad de adsorción de oro	52
2.4.9. Cinética de adsorción de oro	53
CAPÍTULO III	56
3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	56
3.1. DETERMINACIÓN DE LA COMPOSICIÓN PORCENTUAL Y TEMPERATURA NECESARIA PARA LA FORMACIÓN DE VIDRIO	56
3.2. EVALUACIÓN DE LA MÍNIMA CANTIDAD DE CARGA FUNDENTE PARA RECUBRIR CARBÓN ACTIVADO	64
3.3. DESARROLLO DE COMPÓSITOS DE CARBÓN ACTIVADO-VIDRIO	66
3.4. CARACTERIZACIÓN FISICOQUÍMICA Y ESTRUCTURAL DE LOS COMPÓSITOS DESARROLLADOS	68
3.4.1. Caracterización fisicoquímica	68
3.4.1.1. Composición porcentual, índice de yodo y dureza	68
3.4.1.2. Capacidad de adsorción de oro	72
3.4.1.3. Cinética de adsorción de oro	75
3.4.2. Caracterización estructural	77
3.4.2.1. Microscopía óptica	77
3.4.2.2. Microscopía electrónica de barrido	79
CAPÍTULO IV	86
4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	86
4.1. CONCLUSIONES	86
4.2. RECOMENDACIONES	88
BIBLIOGRAFÍA	90
ANEXOS	95

LISTA DE TABLAS

	PÁGINA
Tabla 1.1. Propiedades de algunos materiales utilizados en la manufactura de carbón activado.	12
Tabla 1.2. Composición de los vidrios más comunes.	30
Tabla 1.3. Materias primas para la fabricación de vidrio.	35
Tabla 2.1. Composición porcentual en peso de reactivos para la elaboración de vidrio.	37
Tabla 2.2. Composición de las cargas fundentes.	40
Tabla 3.1. Cantidad empleada de cada materia y cantidad real de óxidos a fundir.	57
Tabla 3.2. Composición porcentual en peso de los óxidos presentes en los vidrios desarrollados.	57
Tabla 3.3. Ensayos de fundición de vidrio.	61
Tabla 3.4. Efecto del aumento de carga fundente en la dureza e índice de yodo .	64
Tabla 3.5. Mezclas elaboradas y sus compósitos correspondientes.	66
Tabla 3.6. Rendimiento del desarrollo de compósitos carbón activado-vidrio.	67
Tabla 3.7. Porcentajes de humedad, material volátil, cenizas, carbono fijo, dureza e índice de yodo del carbón activado inicial y de los compósitos carbón activado-vidrio.	69

Tabla 3.8.	Capacidad de adsorción de oro del carbón activado original y el compósito carbón activado-vidrio.	73
Tabla 3.9.	Constantes calculadas para las isothermas de Freundlich.	74
Tabla 3.10.	Cinética de adsorción de oro del carbón activado original y el compósito carbón activado-vidrio.	75
Tabla 3.11.	Composición elemental del carbón activado original.	77
Tabla 3.12.	Composición elemental del compósito carbón activado-vidrio.	85
Tabla A.1.	Pesos utilizados de materias primas y composición de los vidrios desarrollados.	138
Tabla A.2.	Determinación experimental del contenido de humedad.	140
Tabla A.3.	Determinación experimental del contenido de cenizas.	143
Tabla A.4.	Determinación experimental del contenido de material volátil.	146
Tabla A.5.	Determinación experimental del contenido de carbono fijo.	149
Tabla A.6.	Determinación experimental del porcentaje de dureza.	151
Tabla A.7.	Determinación experimental del índice de yodo.	153
Tabla A.8.	Determinación experimental de la capacidad de adsorción de oro.	156
Tabla A.9.	Determinación experimental de la cinética de adsorción de oro.	158

LISTA DE FIGURAS

	PÁGINA
Figura 1.1. Fotografía SEM de carbón activado a partir de huesos de aceituna.	9
Figura 1.2. Modelo bidimensional de la estructura macromolecular de carbón activado.	10
Figura 1.3. Diagrama de flujo del proceso de extracción de oro para menas refractarias.	20
Figura 1.4. Ejemplo de circuito CIP.	23
Figura 1.5. Diagrama de volumen en función de la temperatura para un líquido que forma vidrio por enfriamiento, y uno que forma un sólido cristalino .	25
Figura 1.6. Comparación de la estructura bidimensional de un vidrio de SiO_2 con su respectiva forma cristalina.	27
Figura 1.7. Efecto de la incorporación de óxidos modificadores en la estructura del vidrio.	29
Figura 1.8. Diagrama de fases ternario para el sistema $\text{Na}_2\text{O}-\text{CaO}-\text{SiO}_2$.	31
Figura 1.9. Ejemplo de diagrama de fases ternario	32
Figura 1.10. Diagrama de fases ternario para el sistema $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$.	33
Figura 1.11. Diagrama de fases ternario para el sistema $\text{CaO}-\text{SiO}_2-\text{B}_2\text{O}_3$.	34
Figura 2.1. Diagrama de flujo de la producción de compósitos carbón activado-vidrio.	41

Figura 2.2.	Agitador mecánico de tamices horizontal.	44
Figura 2.3.	Microscopio óptico Olympus.	51
Figura 2.4.	Microscopio electrónico de barrido TESCAN VEGA LMU.	51
Figura 3.1.	Ensayos de fundición a 900 °C.	58
Figura 3.2.	Ensayos de fundición a 950 °C.	59
Figura 3.3.	Ensayos de fundición a 1000 °C.	60
Figura 3.4.	Diagrama de fases ternario Na ₂ O-B ₂ O ₃ -SiO ₂ experimentales para los vidrios que no poseen CaO en su composición.	62
Figura 3.5.	Diagrama de fases ternario Na ₂ O-B ₂ O ₃ -SiO ₂ experimentales para los vidrios que poseen CaO en su composición.	63
Figura 3.6.	Variación de la dureza e índice de yodo en función de la relación carga fundente/masa de carbón.	65
Figura 3.7.	Relación de la dureza en función del contenido de cenizas.	70
Figura 3.8.	Variación de la dureza e índice de yodo en función de la temperatura de fundición para diferentes tipos de compósitos.	71
Figura 3.9.	Isoterma de Freundlich de adsorción de oro.	73
Figura 3.10.	Isoterma lineal de adsorción de oro.	74
Figura 3.11.	Porcentaje de oro recuperado por el carbón activo original y el compósito desarrollado a diferentes tiempos.	76
Figura 3.12.	Imágenes del microscopio óptico del carbón activado original.	77

Figura 3.13.	Imágenes del microscopio óptico del compuesto carbón activado-vidrio.	78
Figura 3.14.	Micrografías SEM del carbón activado original.	80
Figura 3.15.	Análisis elemental por espectroscopía de rayos X por energía dispersiva para el carbón activado original.	81
Figura 3.16.	Micrografías SEM del compuesto carbón activado-vidrio.	83
Figura 3.17.	Análisis elemental por espectroscopía de rayos X por energía dispersiva para el compuesto carbón activado-vidrio.	84

LISTA DE ANEXOS

	PÁGINA
ANEXO I	
ASTM D2867-09: Método estándar para la determinación de humedad en carbón activado.	96
ANEXO II	
ASTM D2866-11: Método estándar para la determinación del contenido total de cenizas en carbón activado.	101
ANEXO III	
ASTM D5832-98 (2014): Método estándar para la determinación de material volátil en muestras de carbón activado.	104
ANEXO IV	
ASTM D3802-10: Método estándar para la determinación de dureza en carbón activado.	107
ANEXO V	
ASTM D4607-14: Método estándar para la determinación del número de yodo en carbón activado.	112

ANEXO VI

NTE INEN 1988:2013: productos químicos industriales. Carbón activado para uso industrial. Determinación del número de yodo.	118
---	-----

ANEXO VII

NTE INEN 1989:1994: productos químicos industriales. Carbón activado para uso industrial. Determinación de la dureza.	127
---	-----

ANEXO VIII

Ejemplo de cálculo para la determinación de la cantidad de óxidos en los vidrios desarrollados.	136
---	-----

ANEXO IX

Resultados de la determinación del contenido de humedad.	139
--	-----

ANEXO X

Resultados de la determinación del contenido de cenizas.	141
--	-----

ANEXO XI

Resultados de la determinación del contenido de material volátil.	145
---	-----

ANEXO XII

Resultados de la determinación del contenido de carbono fijo.	148
---	-----

ANEXO XIII	
Resultados de la determinación del porcentaje de dureza.	150
ANEXO XIV	
Resultados de la determinación del índice de yodo	152
ANEXO XV	
Resultados de la determinación de la capacidad de adsorción de oro.	155
ANEXO XVI	
Resultados de la determinación de la cinética de adsorción de oro.	157

RESUMEN

En el presente trabajo de disertación, se obtuvo un material compósito de carbón activado reforzado con vidrio de borosilicato con óxido de sodio y calcio para la recuperación de oro en soluciones cianuradas. La metodología utilizada consistió en la impregnación de metasilicato de sodio, tetraborato de sodio y óxido de calcio en solución en la superficie del carbón, seguida de una fusión entre 900 y 1000 °C. Se evaluaron diversos parámetros para el desarrollo de los compósitos, como la composición de la carga fundente, la cantidad óptima de la misma necesaria para recubrir una cantidad determinada de carbón activado y temperatura de fusión. Tanto el carbón activado original como los compósitos obtenidos fueron caracterizados para determinar su estructura, composición y propiedades fisicoquímicas como la dureza, índice de yodo, capacidad y cinética de adsorción del complejo cianurado auroso $[\text{Au}(\text{CN})_2]^{-1}$.

Se encontró que la cantidad óptima de carga fundente necesaria para recubrir al carbón fue de 50 g por 100 g de carbón activado y el mejor compósito fue el preparado utilizando una carga fundente compuesta por 75 % de metasilicato de sodio y 25 % de tetraborato de sodio fundido a una temperatura de 950 °C, el cual posee una dureza de 82,4 %, que es superior a la del carbón activo original por un 41,5 %; y un índice de yodo de 108,5 mg/g, el cual es 63,3 % inferior al carbón activado original.

La capacidad de adsorción de oro también disminuyó a la mitad debido a que la constante k de adsorción de la isoterma de Freundlich se redujo de 1,18, correspondiente al carbón

activado original, a 0,65, valor correspondiente al mejor compósito desarrollado. De igual forma el compósito presentó una cinética de adsorción más lenta, recuperando un 62% del complejo cianurado auroso en un periodo de tres horas, mientras que el carbón activo original recupera hasta un 76,6% en el mismo periodo de tiempo.

Finalmente, se observó el recubrimiento de vidrio en la superficie del carbón mediante microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido (SEM), encontrándose que el recubrimiento es irregular y se da en forma de películas delgadas de vidrio o de gotas en diferentes puntos del carbón.

Los resultados obtenidos indican que el objetivo propuesto de desarrollar un carbón activado de mayor dureza fue alcanzado, sin embargo la caída del 63,3 % del número de yodo indica que la capacidad de adsorción de oro se redujo drásticamente, por lo que se sugiere trabajar con carbones de mayor activación, así como investigar otros métodos para impregnar vidrio a la superficie del carbón.

Palabras clave: carbón activado, vidrio, compósito, recuperación de oro.

ABSTRACT

In the present project a composite material of active carbon reinforced with borosilicate glass plus sodium oxide and calcium oxide was obtained for the recovery of gold from cyanide solutions. The employed methodology involved the impregnation of sodium metasilicate, sodium tetraborate and calcium oxide in solution on the carbon surface followed by a period of melting. Various parameters for the development of the composite were evaluated like the flux composition, the optimal amount of flux needed to cover an amount of carbon and the melting time. Both the original active carbon and the obtained composites were characterized in order to determine their structure, hardness, iodine number and the capacity and kinetics of the gold cyanide complex $[\text{Au}(\text{CN})_2]^{-1}$ adsorption.

The optimal amount of flux needed to cover active carbon was 50 g of flux per 100 g of active carbon and the best composite was prepared using a flux composed of 75% of sodium metasilicate and 25% of sodium tetraborate melted at a temperature of 950 °C which has hardness of 82.4% which is higher than the original active carbon by 41.5% and a iodine number of 108.5 mg/g which is 63.3% less than the original active carbon.

The adsorption capacity was also halved because the constant k was reduced from 1.18 corresponding to the original active carbon to 0.65 corresponding to the best developed composite. Likewise, the composite showed a slower kinetics of adsorption recovering the 62% of gold cyanide in a period of three hours while the original active carbon recovered 76.6% in the same time.

Finally the glass coating on the carbon surface was observed by optical microscopy and scanning electron microscopy (SEM), finding that the coating is irregular and takes the form of thin glass films or glass beads in different parts of the carbon.

The results show that the proposed object of develop a harder activated carbon was achieved, however the drop of the 63,3 % of the iodine number shows that the adsorption capacity was reduced drastically, thus it's suggested to work with high activated carbons, as well as investigating other methods for impregnating glass to the carbon surface.

Keywords: activated carbon, glass, composite, gold recovery.

INTRODUCCIÓN

El oro ha sido uno de los metales con mayor importancia para el desarrollo de las civilizaciones en todo el mundo. Junto al cobre, es el metal más antiguo utilizado por el hombre debido a su facilidad de ser encontrado en su estado elemental. Es un metal suave, de color amarillo, con la más alta maleabilidad y ductilidad entre todos los elementos, además posee una alta conductividad térmica y eléctrica, y presenta una alta resistencia a la corrosión. Las múltiples propiedades del oro y sus aleaciones han hecho que a lo largo de la historia hayan sido utilizados principalmente en joyería, y como patrón monetario, y en la actualidad también sea empleado como material en los campos de electrónica, medicina y otras aplicaciones industriales.

Con el paso del tiempo, se han desarrollado varias técnicas con el fin de extraer el oro de sus menas, siendo una de las más utilizadas la lixiviación con cianuro y la posterior recuperación con carbón activado. Muchos fabricantes producen carbón activado con formas angulares o planas, que son susceptibles a un rápido desgaste por transporte, abrasión en pulpa, choque térmico durante la reactivación, entre otras condiciones normales de operación, provocando la pérdida de carbón y del oro contenido en él

Es así que surge la necesidad de desarrollar carbones activados con mayor resistencia mecánica para aplicarlos en circuitos convencionales de recuperación de oro, como Carbón en Pulpa (CIP) y Carbón en Lixiviación (CIL); ya sea partiendo de materias primas

carbonáceas diferentes, o desarrollando compósitos, impregnando el carbón con otros compuestos, como resinas fenólicas y epóxicas.

El presente estudio propone el desarrollo y la caracterización de compósitos de carbón activado reforzado con vidrio, que es incorporado al carbón activado a partir de compuestos inorgánicos tradicionales de bajo costo como metasilicato de sodio (Na_2SiO_3), bórax ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$) y óxido de calcio (CaO), con el fin de producir un material resistente a la fractura y abrasión generada en los reactores empleados en los procesos de cianuración.

En el primer capítulo de esta disertación se encuentra el marco teórico que respalda esta investigación, empezando por las características, materias primas, proceso de producción y aplicaciones del carbón activado, así como del fenómeno de adsorción que permite que sea un producto versátil. También trata sobre el oro, su importancia y los métodos de recuperación del mismo, enfocándose en la lixiviación con cianuro y la técnica de Carbón en Pulpa (CIP). Por último se define al vidrio, su estructura, composición, tipos y materias primas a partir de las que es elaborado.

En el segundo capítulo constan la metodología experimental utilizada para la elaboración de los compósitos; materiales, equipos, reactivos, procedimientos y métodos ASTM utilizados para la caracterización del carbón activado original y de los compósitos elaborados.

En el tercer capítulo se encuentran los resultados obtenidos correspondientes a la composición y temperatura necesaria para formar vidrio a partir de las materias primas propuestas, la cantidad mínima necesaria de carga fundente para recubrir una cantidad determinada de carbón activado, y la caracterización física y química del carbón activado original y los compósitos desarrollados. Finalmente el cuarto capítulo contiene las conclusiones y recomendaciones obtenidas de este estudio.

CAPÍTULO I

1. MARCO TEÓRICO

1.1. CARBÓN ACTIVADO

Carbón activado es el término genérico para una amplia familia de sólidos carbonáceos amorfos o microcristalinos, de alto grado de porosidad, que poseen una elevada y versátil capacidad de adsorción. Se obtienen por combustión o descomposición térmica de una amplia variedad de sustancias ligno-celulósicas. Sin embargo, las propiedades del producto resultante variarán dependiendo de la naturaleza de la materia prima, las condiciones de carbonización y el proceso de activación [1].

Su capacidad de adsorción está relacionada con la gran superficie específica y estructura química, las que a su vez dependen de los procesos de carbonización y activación. Durante la carbonización, la mayoría de los elementos no carbonosos como oxígeno, nitrógeno y azufre son eliminados por la descomposición pirolítica, dejando a los átomos de carbono formando láminas hexagonales irregulares, con electrones desapareados y valencias saturadas incompletas en forma aleatoria, dando lugar a la formación de poros. Esta estructura porosa mejora durante la activación, creando poros de diferentes tamaños y formas. Por necesidad, el tamaño de poro se ha dividido en tres categorías: microporos con tamaños menores a 2 nm, mesoporos con tamaños entre 2 y 50 nm, y macroporos con tamaños mayores a 50 nm [2].

La cantidad de poros le otorga al carbón superficies específicas de hasta 2500 m²/g, siendo los carbones comerciales más comunes aquellos que poseen entre 800 y 1500 m²/g [1]. En la Figura 1.1 se puede observar la superficie porosa de un carbón activado producido a partir de huesos de aceituna.

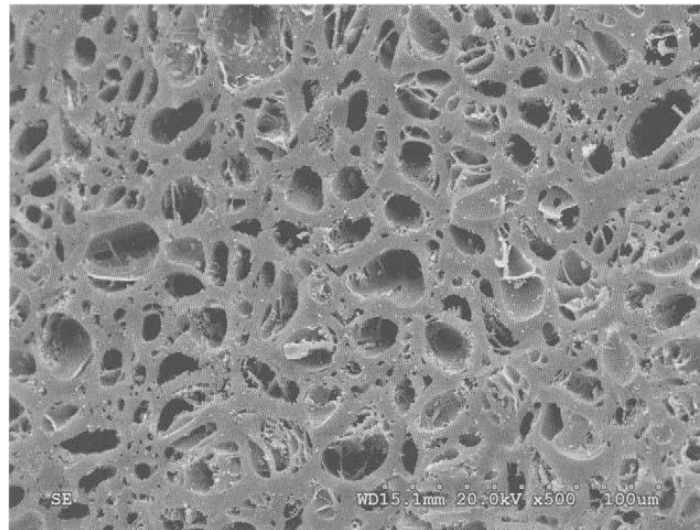


Figura 1.1. Fotografía generada por microscopía electrónica de barrido (SEM) de carbón activado a partir de huesos de aceituna [2]

A parte de la estructura porosa, la química del carbón también influye en la capacidad de adsorción. La fracción no eliminada de elementos diferentes al carbono (constituida generalmente de 0,5 % de hidrógeno, 0,5 % de nitrógeno, 1 % de azufre, y de 1 a 20 % de oxígeno [1]) se enlaza químicamente a la superficie del carbón por efecto de la carbonización incompleta, formando sistemas de anillos heterocíclicos y grupos funcionales de superficie como se observa en la Figura 1.2. La presencia de estos grupos funcionales modifica las propiedades de superficie del carbón haciéndolo más apto para adsorber diferentes tipos de compuestos tanto polares como no polares.

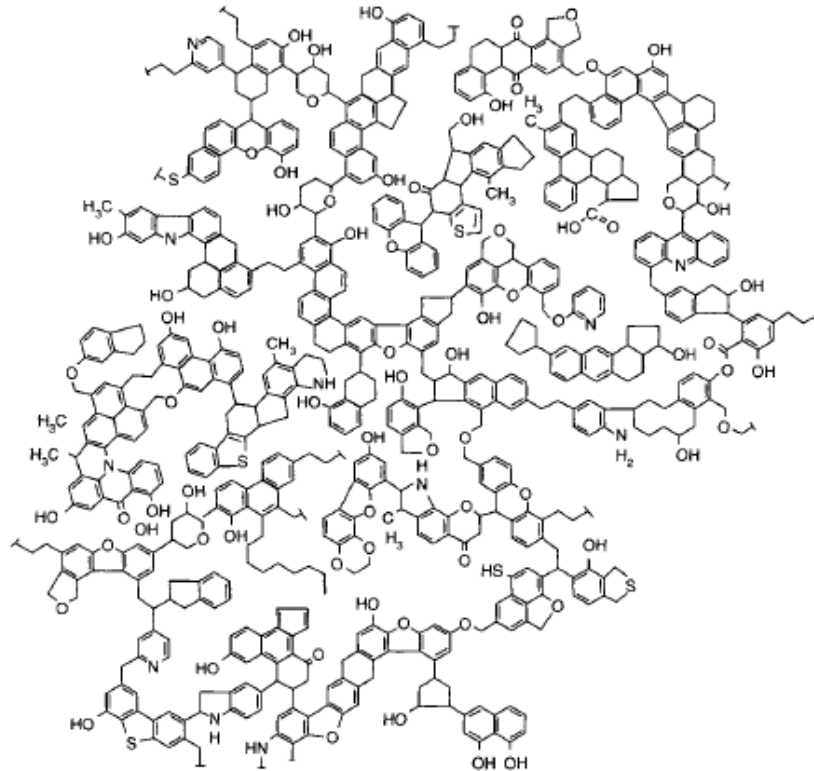


Figura 1.2. Modelo bidimensional de la estructura macromolecular de carbón activado [2]

El uso de materiales carbonosos de origen vegetal o de maderas parcialmente quemadas data desde aproximadamente el año 1500 A.C; época en la cual egipcios, griegos, hindúes, entre otros fueron conscientes de las propiedades adsorbentes del carbón, utilizándolo para fines médicos y como agente purificador [3]. Para el año 400 A.C., Hipócrates recomendó el uso de carbón vegetal con el fin de eliminar malos olores y sabores del agua; de igual forma los fenicios almacenaban agua, en sus barcos, en barriles de madera parcialmente carbonizados con el fin de prolongar el suministro de agua, práctica que se mantuvo hasta el siglo XVIII para viajes transoceánicos [3].

Las primeras aplicaciones del carbón a nivel industrial para adsorber agentes químicos consistieron en filtros decolorantes en la industria azucarera, posteriormente en la

manufactura de máscaras de gas durante la Primera Guerra Mundial para evitar la intoxicación por gas cloro, fosgeno y gas mostaza [2]. Desde entonces, el carbón activado ha sido utilizado como un agente adsorbente con múltiples aplicaciones.

1.1.1. Materias primas

El carbón activado es producido por casi todo material orgánico que posea carbono. Se ha empleado principalmente madera, aserrín, cáscaras de nuez, cuercos de coco y palmiste, semillas de frutas, turba, coque de petróleo, entre otros. La elección de un material adecuado depende principalmente de su disponibilidad, costo, bajo contenido de material inorgánico, baja degradación durante el almacenamiento, facilidad de activación y la aplicación que tenga el producto final [2]. La Tabla 1.1 contiene las principales características de algunas de las materias primas más comunes.

Usualmente las materias primas más utilizadas son aquellas que poseen una cantidad menor de material inorgánico, de tal forma que favorezca a la formación de niveles bajos de ceniza después del proceso de activación. De igual forma, se prefiere materias primas con alta densidad y gran cantidad de material volátil para incrementar la dureza y facilitar la formación de poros respectivamente [4]. De esta forma, se da la posibilidad de generar diferentes tipos de carbón activado de acuerdo a la aplicación a la que será sometido

Tabla 1.1. Propiedades físicas y químicas de algunos materiales utilizados en la manufactura de carbón activado [4]

Materia prima	Carbón (%)	Material volátil (%)	Densidad [g/cm ³]	Cenizas (%)	Textura del carbón activado
Madera suave	40-50	55-60	0,4-0,5	0,3-1,1	Suave, gran volumen de poro
Madera dura	40-42	55-60	0,55-0,80	0,3-1,2	Suave, gran volumen de poro
Lignina	35-40	58-60	0,3-0,4	-	Suave, gran volumen de poro
Cáscaras de nuez	30-45	55-60	1,4	-	Duro, gran volumen de microporo
Lignito	55-70	25-40	1,0-1,35	5-15	Duro, bajo volumen de poro
Carbón suave	65-80	20-30	1,25-1,50	2-12	Medianamente duro, mediano volumen de microporo
Coque de petróleo	70-85	15-20	1,35	0,5-0,7	Medianamente duro, mediano volumen de poro
Carbón duro	70-85	10-15	1,45	5,-15	Duro, gran volumen de poro
Antracita	85-95	5-10	1,5-1,8	2,-15	Duro, gran volumen de poro

1.1.2. Proceso de producción de carbón activado

La producción de carbón activado depende de dos procesos fundamentales: carbonización y activación. La carbonización o pirolisis consiste en el calentamiento de la materia prima a una temperatura entre 400 y 500 °C evitando el contacto con el aire. Como consecuencia, se produce la deshidratación y descomposición de la materia orgánica [5] y dando lugar a la formación de láminas hexagonales irregulares y poros.

El proceso de activación consiste en el desarrollo de una estructura porosa, y puede ser física o química. Durante la activación física, se pasa un flujo de gas que suele ser vapor de agua, oxígeno o dióxido de carbono a temperatura constante entre 800 y 1000 °C a través del material carbonizado. Estos gases favorecen la aparición de estructuras porosas internas

donde se produce el fenómeno de adsorción. La activación química se basa en el calentamiento de la materia prima en atmósfera inerte junto con un agente activante. Los compuestos más utilizados como activantes son cloruro de cinc (ZnCl_2), ácido sulfúrico (H_2SO_4), ácido ortofosfórico (H_3PO_4), entre otros dependiendo del producto que se quiera obtener [2]. Posterior al calentamiento, el carbón es sometido a un proceso de lavado y secado con el fin de separarlo del agente activante y reciclar este último. Debido a las distintas materias primas y alternativas para activar carbón las propiedades variarán notablemente, dando lugar a carbones específicos para ciertas aplicaciones.

1.1.3. Proceso de adsorción

Tanto la estructura física del carbón como su composición química, permiten que el carbón activado sea un material apto para adsorber una amplia variedad de sustancias. La adsorción es el fenómeno en el cual moléculas de gas, sustancias disueltas en líquidos o líquidos (adsorbatos) son adheridos en capas finas a la superficie de cuerpos sólidos con los que se encuentran en contacto (adsorbente) [6]. Las partículas pueden fijarse química o físicamente. En la primera, denominada quimisorción, las partículas se unen a la superficie a través de enlaces químicos fuertes generalmente de tipo covalente [7]. La quimisorción solo puede darse en una sola capa, esto implica que después de haberse cubierto el sólido por una capa de adsorbato, no pueden producirse más reacciones químicas entre el este y el adsorbente [7]. En la fisisorción, se producen interacciones de van de Waals entre el adsorbato y el adsorbente, que son relativamente débiles. A diferencia de la quimisorción, cuando la monocapa está completa, las interacciones entre adsorbato y adsorbente pueden conducir a la formación de una segunda capa de adsorbato; este fenómeno se conoce como adsorción en multicapas. El tipo de adsorción depende de la reactividad de la superficie, la

naturaleza del adsorbato y del adsorbente, y de la temperatura a la que se lleva a cabo la adsorción.

1.1.4. Isotermas de adsorción

La adsorción es un proceso dinámico en el que las moléculas de adsorbato son retenidas y rechazadas simultáneamente por la superficie. A medida que el tiempo de contacto avanza, la velocidad de adsorción disminuye y la velocidad de desorción aumenta, debido a que la superficie comienza a saturarse, hasta alcanzar el equilibrio. En este punto, las velocidades de adsorción y desorción son iguales. Para un sistema dado, el equilibrio de cantidad adsorbida está en función de la presión o concentración del adsorbato y la temperatura según la ecuación 1.1 [1].

$$\frac{x}{m} = f(p, t) \quad (1.1)$$

Donde x/m es la cantidad adsorbida por unidad de masa de adsorbente a la presión y temperatura de equilibrio. El equilibrio de adsorción puede ser estimado como isoterma, isobara o isostera de adsorción. En la práctica, los estudios de adsorción se realizan generalmente en forma de isotermas debido a la facilidad que representa trabajar a temperatura constante.

Las isotermas de adsorción proveen información importante respecto al adsorbente y adsorbato y al proceso de adsorción como tal; además ayudan en la determinación del volumen de poro, el área superficial del adsorbente y el calor de adsorción. Dentro de las

isotermas más utilizadas están: las de Langmuir, Freundlich, y la desarrollada por Braunauer, Emmett y Teller (BET). Las dos primeras son las más importantes para adsorción química, mientras que la isoterma BET es importante para la adsorción física de gases en materiales porosos.

1.1.4.1. Isoterma de Langmuir

La isoterma de Langmuir fue la primera en ser desarrollada y sirvió de base para las teorías propuestas posteriormente. Se basa en tres suposiciones [8]:

- La adsorción no puede proceder más allá de una monocapa.
- Todos los sitios activos son equivalentes y la superficie es uniforme.
- La capacidad de una molécula para adsorberse en un sitio determinado es independiente de la ocupación de los sitios vecinos.

La isoterma de Langmuir se define como:

$$\Theta = \frac{V}{V_m} = \frac{kp}{1 + kp} \quad (1.2)$$

Donde Θ es la fracción de centros activos ocupados por el adsorbato en el equilibrio y es igual a la relación entre el volumen V de gas adsorbido y el volumen V_m de gas requerido para formar una monocapa de gas adsorbido; k es una constante empírica y p la presión o concentración del adsorbato en el equilibrio.

1.1.4.2. Isotherma BET

Debido que la teoría de Langmuir solo funcionaba para adsorciones en una sola capa, Stephen Braunauer, Paul Emmett y Edward Teller derivaron una isoterma para adsorción en múltiples capas y es conocida como isoterma BET. Esta ecuación ha jugado un papel importante dentro de los estudios de adsorción debido a que proporciona valores acertados para el calor de adsorción promedio y el volumen de gas o vapor requerido para formar una capa unimolecular en la superficie del adsorbente [1].

La forma lineal simple de la isoterma BET es:

$$\frac{p}{V(p_0 - p)} = \frac{1}{V_m c} + \frac{c - 1}{V_m c} \cdot \frac{p}{p_0} \quad (1.3)$$

Donde p es la presión del gas, V es el volumen adsorbido, V_m es el volumen de gas requerido para formar una monocapa sobre la superficie, p_0 es la presión de vapor del adsorbato y c es una constante a una determinada temperatura. Dentro de la caracterización de carbón activado la isoterma BET es utilizada en la determinación de su área superficial (superficie BET) conociendo el valor de V_m .

1.1.4.3. Isotherma de Freundlich

Otra variación de la ecuación de Langmuir fue propuesta por Erwin Finlay Freundlich. La isoterma que desarrolló se ha convertido en una de las más empleadas para describir la adsorción química en rangos medios de presión o concentración. Partiendo de la ecuación general de Langmuir (Ecuación 1.2), Freundlich dedujo que a presiones bajas el valor de kp sería mucho menor que la unidad, por lo tanto $V = V_m kp$ de forma que la cantidad

adsorbida es proporcional a la presión. Sin embargo encontró que a presiones medias la cantidad adsorbida puede ser representada por un exponente $1/n$ de acuerdo a la siguiente ecuación [1]:

$$\frac{V}{V_m} = kp^{1/n} \quad (1.4)$$

En el caso de adsorción en soluciones líquidas la ecuación de Freundlich puede ser escrita como:

$$\frac{x}{m} = kc^{1/n} \quad (1.5)$$

Donde c es la concentración del adsorbato en el equilibrio, x/m es la cantidad adsorbida por masa de adsorbente, y k y n son constantes que representan la capacidad de adsorción a una temperatura dada [1]. La isoterma de Freundlich puede ser escrita de forma lineal como:

$$\log \frac{x}{m} = \log k + \frac{1}{n} \log c \quad (1.6)$$

De forma que las constantes n y k pueden ser determinadas calculando la pendiente y el intercepto respectivamente en una gráfica de $\log x/m$ vs $\log c$.

1.1.5. Aplicaciones del carbón activado

Las propiedades del carbón activado lo convierten en un material único y versátil. En la actualidad se lo utiliza ampliamente para la remoción de gases como SO_2 , H_2S y CS_2 en la

purificación de gases residuales de la industria, filtros de cigarrillo, máscaras de gas, refinerías petroleras, separación de mezclas gaseosas (como tamices moleculares), catálisis (tanto como catalizador como material de soporte), entre otros [2]. En líquidos se lo utiliza para la purificación de agua tanto a nivel doméstico como industrial, tratamiento de agua potable y residual, purificación de químicos, productos farmacéuticos y alimentos [1,2]. En el campo de la hidrometalurgia la aplicación de carbón activado ha ido aumentando a través de los años, en especial en la recuperación de oro y plata de soluciones cianuradas. La alta selectividad del carbón por estas dos especies en presencia de grandes concentraciones de otros metales como hierro, níquel, cobre y antimonio, lo convierte en una de las opciones más usadas para su recuperación [1].

La gran capacidad de adsorción de diversas sustancias, junto con la posibilidad de ser regenerado para su reutilización, permite un tratamiento eficaz y barato en múltiples aplicaciones, en muchas de las cuales es un producto irremplazable

1.2. EL ORO

El oro, junto al cobre, es el metal más antiguo utilizado por el hombre debido a la facilidad de ser encontrado en su estado elemental. Es un metal suave, de color amarillo, con la más alta maleabilidad y ductilidad entre todos los elementos [9], además posee una alta conductividad térmica y eléctrica. Es el más inerte entre todos los metales nobles ya que no es atacado por el oxígeno o el azufre, pero si reacciona con bromo o con telurio a altas temperaturas [10]. Presenta una alta resistencia a la corrosión debido que no puede ser disuelto por ácidos minerales, con excepción del agua regia (HCl-HNO_3); sin embargo, puede ser disuelto por ácido clorhídrico en presencia de agentes oxidantes como dióxido de

manganeso, iones férrico o cúprico; de igual forma puede ser disuelto por soluciones cianuradas en presencia de oxígeno o agua oxigenada [10].

En la naturaleza se lo puede encontrar como oro nativo, como aleación con plata (electrum), o formando minerales con elementos como plata, telurio, antimonio, arsénico. Entre los minerales de oro más comunes se encuentran: calaverita (AuTe_2), krennerita (AuTe_2 , AgTe_2), silvanita (AuAgTe_4), petzita (Ag_3AuTe_2), entre otros; los cuales son buscados como menas secundarias de oro [11].

A largo de la historia, el oro y sus aleaciones han sido utilizados principalmente en joyería y como patrón monetario; sin embargo, sus propiedades han hecho que en la actualidad también sea empleado como material en los campos de electrónica, medicina y otras aplicaciones industriales.

1.2.1. Recuperación de oro

La extracción de oro es un proceso complejo compuesto por múltiples operaciones de carácter físico y químico. Los procesos unitarios más comunes son: reducción de tamaño, clasificación, separación sólido-líquido, concentración, lixiviación, purificación, recuperación, refinación y tratamiento de desechos. Para observar cómo estas operaciones se relacionan entre sí en la Figura 1.3 se encuentra el diagrama de flujo para la extracción de oro desde menas refractarias

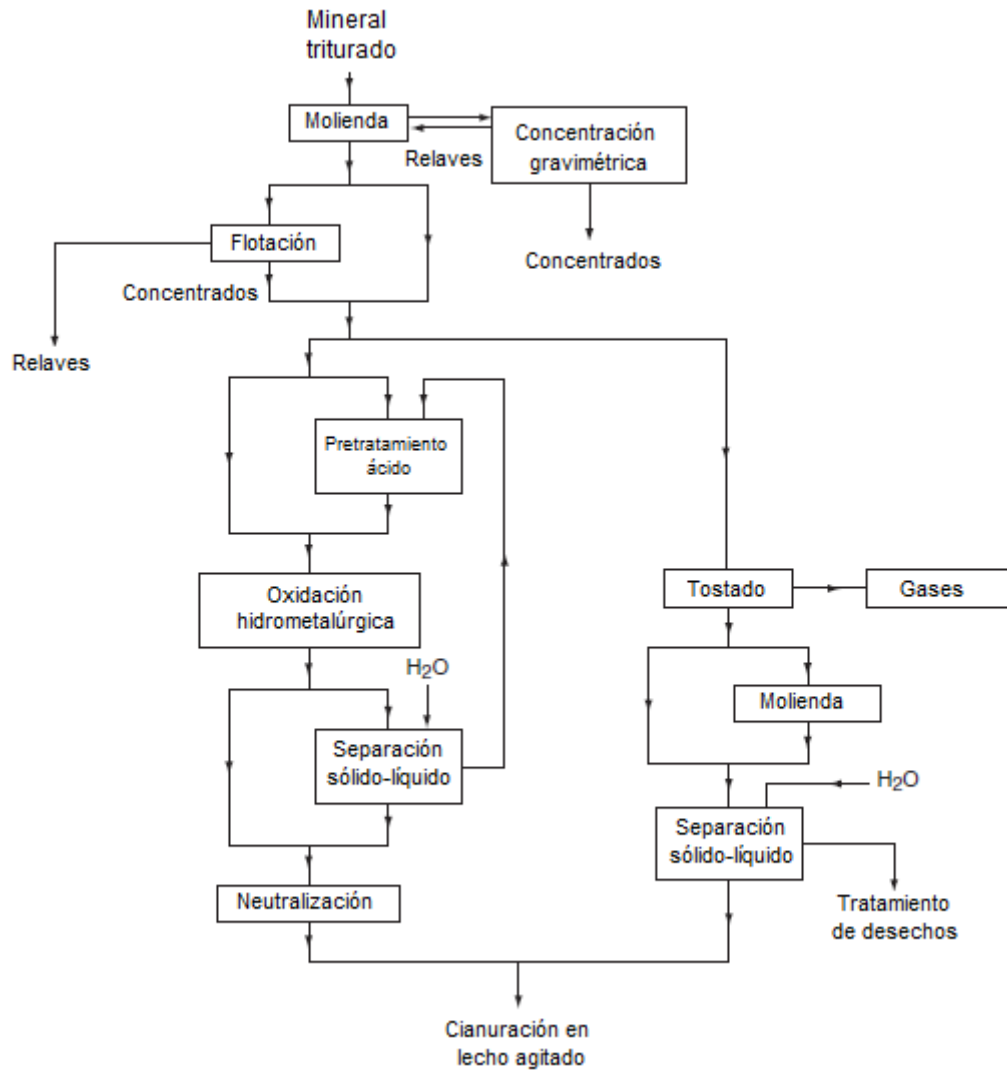


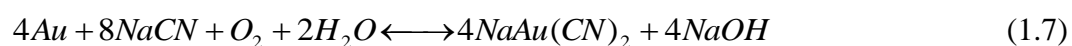
Figura 1.3. Diagrama de flujo del proceso de extracción de oro para menas refractarias [12]

1.2.2. Proceso de lixiviación

Actualmente, todas las rutas hidrometalúrgicas para la extracción de oro utilizan el proceso de lixiviación con el fin de producir una solución cargada de oro como producto intermediario [12]. A pesar que se han empleado soluciones de cloro/cloruro en el pasado, las soluciones alcalinas de cianuro son las más utilizadas para la lixiviación de oro debido a su bajo costo y excelente extracción desde una gran variedad de menas, siendo así que alrededor del 85 % de la producción industrial de oro es realizado por lixiviación con cianuro [13]. Debido a la problemática ambiental que conlleva el uso de cianuro se han

intentado emplear otras alternativas como: tiosulfato, tiocianato, tiourea, ditiourea y soluciones de bromo y yodo; sin embargo ninguna ha podido ser utilizada comercialmente, ya sea por su baja rentabilidad o por la contaminación que producen.

La solubilidad de oro en soluciones cianuradas fue descubierta por Carl Scheele en 1783, sin embargo, no fue hasta 1846 que L. Elsner estableció la importancia del oxígeno en la disolución de oro y plata en soluciones de cianuro de potasio o sodio de acuerdo a la siguiente ecuación [12]:



El mecanismo de disolución de oro en cianuro involucra la siguiente serie de reacciones heterogéneas en interfases sólido-líquido [10]:

- Absorción de oxígeno en solución.
- Transporte de cianuro (CN⁻) y oxígeno (O₂) en la interfase sólido-líquido.
- Adsorción de cianuro y oxígeno en la fase sólida.
- Reacción electroquímica.
- Desorción de los complejos solubles de oro-cianuro.

El proceso de cianuración es afectado por una serie de factores como: disponibilidad de oxígeno en las interfases, pH de la solución y concentración de iones diferentes al cianuro [10].

A nivel industrial, la cianuración ha sido empleada desde 1887, año en el que MacArthur y los hermanos Forrest patentaron el proceso utilizando cementación con zinc para precipitar el oro lixiviado [12]. En 1890, el carbón activado fue considerado como una posible alternativa a la cementación con zinc, sin embargo, la inhabilidad de reusar el carbón hizo que el proceso fuera ineficiente. No fue hasta 1949 que se empezó a utilizar carbón activado en las plantas de extracción de oro. Fue en este año que se ideó por primera vez un método que permitiera la reutilización del carbón, haciéndolo económicamente rentable. El proceso en el que se remueve el oro del carbón, denominado desorción, produce una solución concentrada de oro que permite la recuperación posterior por electrodeposición [12]. Para 1980, el uso de carbón en la industria de extracción de oro proliferó mediante el uso de tres técnicas: carbón en pulpa (CIP), carbón en columna (CIC) y carbón en lixiviación (CIL); siendo la primera la más utilizada.

1.2.3. Técnica de Carbón en Pulpa

El proceso de carbón en pulpa consiste en una serie de tanques que contienen la pulpa lixiviada de oro con cianuro al que se agrega carbón activado granular de forma continua en un flujo contrario a la pulpa. El carbón cargado de oro es separado de la pulpa por cribado mecánico, por lo que se requiere trabajar con carbón granular, utilizando usualmente carbones granulares de malla 6X12, 6X16 y 8X16 [10, 12]. Posteriormente, el carbón cargado es transportado a una columna de elución donde se da el proceso de separación del oro del carbón. Por último, el carbón es llevado a hornos de regeneración y regresado a los tanques de adsorción; mientras que el oro es removido del eluido por electrodeposición. En la Figura 1.4 se puede observar un circuito completo de recuperación de oro por carbón en pulpa (CIP).

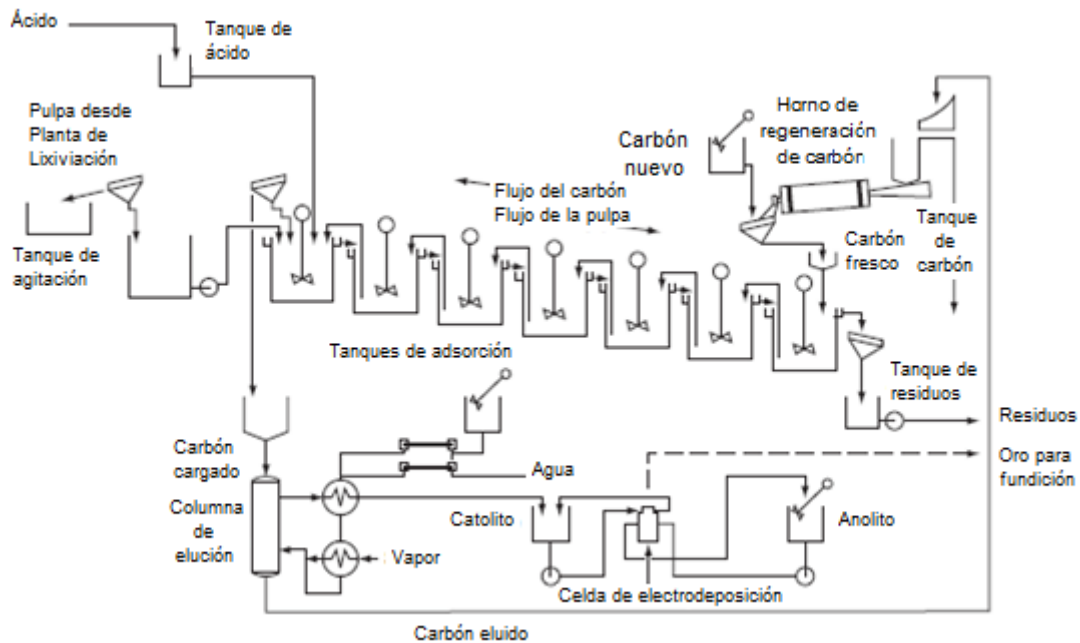


Figura 1.4. Ejemplo de circuito CIP [12].

A pesar de ser fabricado de diferentes tamaños dependiendo de su aplicación, el carbón comercial produce por abrasión una fracción de carbón en polvo inapropiada para la adsorción de oro; de igual forma el carbón activado es susceptible a un rápido desgaste por transporte, abrasión en pulpa, choque térmico durante la reactivación entre, otras condiciones normales de operación, provocando la pérdida de carbón y de oro contenido en él [12, 14].

Esta es la razón por la que surge la necesidad de desarrollar carbones activados con mayor resistencia mecánica para aplicarlos en circuitos convencionales de recuperación de oro como CIP, CIL y CIC, ya sea partiendo de materias primas carbonáceas diferentes, o desarrollando compósitos impregnando el carbón con otros compuestos. Dentro de las materias primas que se han estudiado para fabricar carbones activados idóneos se encuentran las semillas de durazno y albaricoque, cáscaras de coco, avellanas, entre otras [15]. Sin embargo, se han obtenido mejores resultados en cuanto a resistencia mecánica

con compósitos de carbón activado-poliácido acrílico, carbón activado-resina fenólica y carbón activado-resina epóxida [16]. No obstante el uso de reactivos químicos de elevado precio para la producción de estos compósitos los vuelve no rentables, por lo que se requiere desarrollar compósitos de carbón activado a partir de materias primas de bajo costo.

1.3. EL VIDRIO

1.3.1. Definición

El vidrio es el término acuñado al grupo de sólidos amorfos, de cuerpo transparente y brillante, cuya naturaleza puede ser orgánica, inorgánica o metálica. La definición del término vidrio a variado con el paso del tiempo. La definición clásica indica: “El vidrio es un líquido sobreenfriado”, sin embargo esta definición está basada en su método convencional de fabricación, y en la actualidad se conocen métodos en los cuales el vidrio nunca llega al estado líquido [17]. Una definición moderna aceptada indica que el vidrio es “un sólido amorfo completamente carente de una estructura atómica periódica y que presenta un comportamiento de transición vítrea” [18]. En general, cualquier material orgánico, inorgánico o metálico, independientemente de cómo se haya fabricado, que presente este comportamiento es considerado un vidrio [18].

1.3.2. Temperatura de transición vítrea

El vidrio, al no ser un material cristalino no posee una temperatura de fusión definida. Una de las diferencias principales entre materiales cristalinos y vítreos radica en la dependencia del volumen específico con la temperatura como se indica en la Figura 1.5. En el caso de

los materiales cristalinos, la disminución de volumen se da de manera discontinua hasta alcanzar la temperatura de fusión T_m , sin embargo, en el caso de los vidrios, el volumen disminuye continuamente con la disminución de temperatura. El rango de temperatura ($T_{gt}-T_{gl}$) a la cual se produce un cambio en la pendiente se conoce como temperatura de transición vítrea T_g . Por debajo de este punto el material pasa de líquido sobreenfriado a vidrio [19].

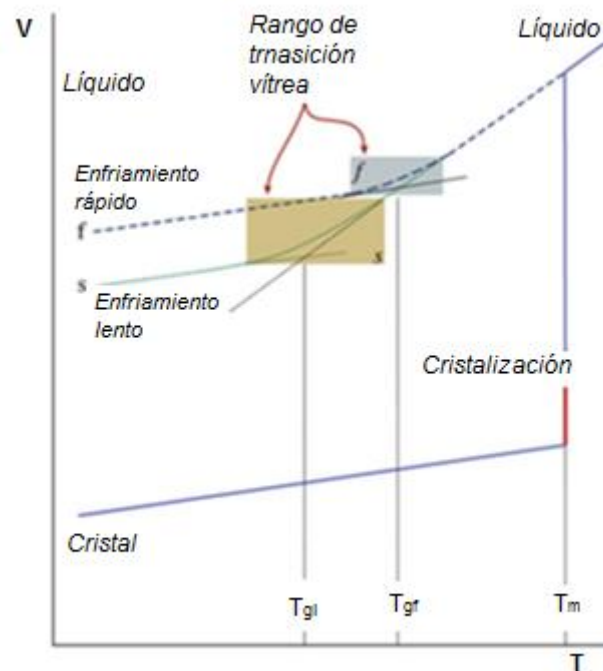


Figura 1.5. Diagrama de volumen en función de la temperatura para un líquido que forma vidrio por enfriamiento, y uno que forma un sólido cristalino [17].

1.3.3. Estructura de los vidrios inorgánicos

En general, los vidrios inorgánicos son obtenidos por sobreenfriamiento de una mezcla de óxidos fundidos. Son de naturaleza no cristalina en un orden de largo alcance, lo que indica que no existe la repetición de un arreglo regular atómico, aunque presentan un orden de

corto alcance correspondiente al arreglo inmediato entre átomos [17]. El modelo más ampliamente utilizado para describir la estructura del vidrio se basa en la teoría de William Zachariasen, quien dedujo que para la formación de vidrio a partir de óxidos se requería que se cumplieran las siguientes reglas [20]:

- Cada átomo de oxígeno está conectado a máximo dos cationes metálicos.
- El número de de átomos de oxígeno que rodean a cada átomo metálico es pequeño, alrededor de 3 o 4.
- Los poliedros de oxígeno solo comparten esquinas, mas no lados o caras.
- Por lo menos 3 esquinas de cada poliedro de oxígeno deben ser compartidas para formar una red tridimensional.

Además de las reglas, Zachariasen agregó que las redes deben estar distorsionadas de forma que la periodicidad atómica desaparezca a fin de que se forme vidrio. Estas distorsiones pueden ser alcanzadas variando la longitud y ángulo de los enlaces entre átomos [18]. En la Figura 1.6 se encuentra la representación bidimensional del arreglo atómico de un vidrio inorgánico de SiO_2 frente a su respectiva forma cristalina.

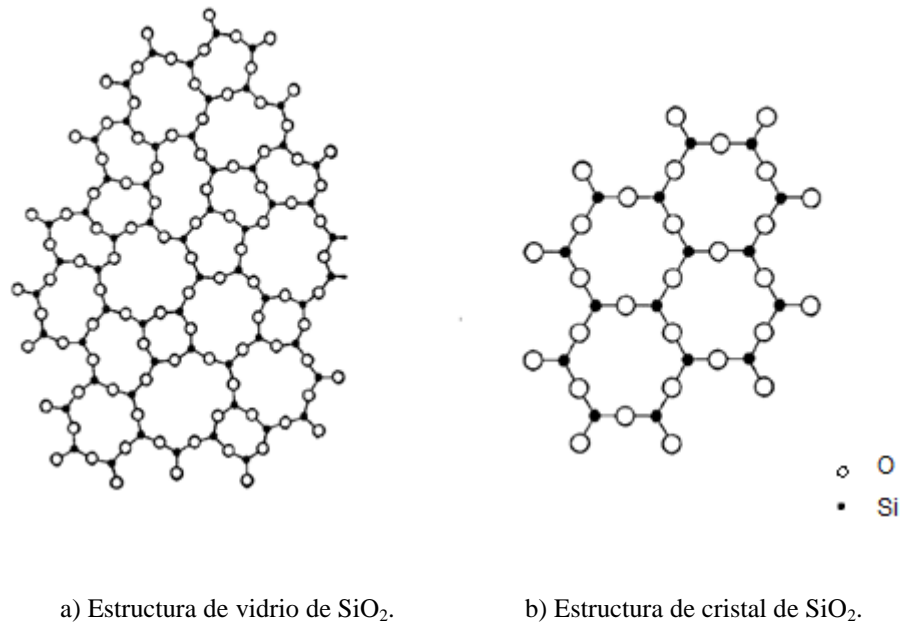


Figura 1.6. Comparación de la estructura bidimensional de un vidrio de SiO₂ con su respectiva forma cristalina [20].

1.3.4. Composición de los vidrios inorgánicos

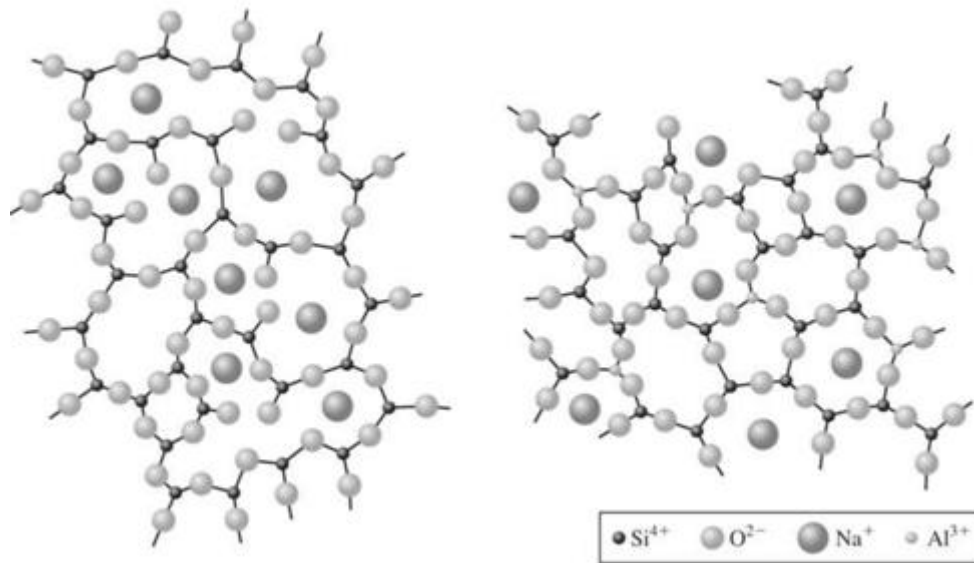
A nivel químico, la composición de los vidrios inorgánicos varía por la combinación de tres grupos de óxidos: formadores, modificadores e intermediarios de red.

Óxidos formadores: son aquellos que son capaces de formar vidrio por si solos y por lo tanto cumplen con las reglas de Zachariasen. Entre los óxidos formadores se encuentran: óxido de silicio (SiO₂), óxido de boro (B₂O₃), óxido de germanio II (GeO₂), óxido de fósforo III (P₂O₃), óxido de fósforo V (P₂O₅), óxido de arsénico III (As₂O₃), óxido de arsénico V (As₂O₅), óxido de antimonio III (Sb₂O₃), óxido de niobio III (Nb₂O₃), óxido de vanadio V (V₂O₅) y óxido de tantalio V (Ta₂O₅) [21]. La mayoría de vidrios se basan en el óxido de silicio como formador de red, el cual tiene como unidad fundamental el tetraedro

SiO_4^{4-} . A pesar que la sílice por si sola puede formar vidrio, solo funde a partir de los 1700 °C, por lo que su obtención se vuelve costosa y requiere de un fundente para disminuir su punto de fusión [18]. El óxido de boro es otro formador de vidrio ampliamente utilizado, el cual posee como unidad fundamental triángulos de BO_3^{3-} , sin embargo, en vidrios de borosilicato modificados con álcalis los triángulos de BO_3^{3-} pueden formar tetraedros de BO_4^{4-} . Es ampliamente utilizado en vidrios comerciales como los borosilicatos y aluminosilicatos [22].

Óxidos modificadores: son aquellos que rompen la red vítrea debido a que la rellena y debilitan sus enlaces. Su adición es necesaria para disminuir la viscosidad del vidrio y éste pueda ser trabajado con facilidad [22]. Los óxidos modificadores más empleados son el óxido de sodio (Na_2O), óxido de potasio (K_2O), óxido de calcio (CaO) y óxido de magnesio (MgO). En la Figura 1.7 (a) se puede apreciar la forma en la que los iones Na^+ penetran en la estructura del vidrio.

Óxidos intermediarios: son los óxidos que a pesar de no poder formar vidrio por si solos pueden unirse a una red vítrea. Se agregan con el fin de obtener propiedades especiales como brillo, resistencia mecánica, química y térmica. Entre los óxidos más empleados se encuentran el óxido de calcio (CaO), óxido de aluminio (Al_2O_3), óxido de plomo (PbO) y óxido de zinc (ZnO). En la Figura 1.7 (b) se puede observar la sustitución de átomos de oxígeno con aluminio como AlO_4^{4-} en una red de sílice SiO_4^{4-} , y el efecto que tienen en la estructura del vidrio.



a) Modificación de una red de sílice con iones Na^+ b) Modificación de una red de sílice con óxido de Al^{3+}

Figura 1.7. Efecto de la incorporación de óxidos modificadores en la estructura del vidrio [22].

1.3.5. Clases de vidrios

Históricamente, el vidrio ha sido empleado principalmente con fines decorativos y como contenedor; sin embargo, en la actualidad el rango de aplicaciones van desde contenedores y ventanas; en el caso de vidrios comerciales, hasta vidrios especiales para la fabricación de electrodos de vidrio, fibra de vidrio, material de cocina y laboratorio, sistemas ópticos en dispositivos espectrofotométricos, entre otros [21, 22]. La composición química de los tipos de vidrios más importantes se encuentra en la Tabla 1.2.

Tabla 1.2. Composición química de los vidrios más comunes [22]

Vidrio	SiO ₂	Na ₂ O	K ₂ O	CaO	B ₂ O	Al ₂ O ₃	Otros
Sílice fundida	99,5	-	-	-	-	-	-
Sílice 96% (Vycor)	96	< 0,2	< 0,2	-	2,9	0,4	-
Sosa- cal	71 - 73	12 - 14	-	10 - 12	-	0,5 - 1,5	MgO 1 - 4
Silicato de plomo	63	7,6	6	0,3	0,2	0,6	PbO 32 MgO 0,2
Alto en plomo	35	-	7,2	-	-	-	PbO 58
Borosilicato (Pyrex)	80,5	3,8	0,4	-	12,9	2,2	-
Aluminosilicato	57	1,0	-	5,5	4	20,5	MgO 12
Vitro cerámica	40 - 70	-	-	-	-	10 - 35	MgO 10 - 30 TiO ₂ 7 - 15

A continuación se detallan las características y usos de los principales tipos de vidrios comerciales.

1.3.5.1. Sílice fundida

La sílice fundida o vítrea es el único vidrio comercial que contiene un único componente químico mayoritario en su estructura. Posee un bajo coeficiente de expansión térmica, lo cual lo hace resistente a choques térmicos, posee una alta temperatura de transición vítrea, por lo que permite su utilización a temperaturas mayores a 1000 °C. Se utiliza principalmente en fibras ópticas en telecomunicaciones, lentes y otros dispositivos ópticos por su transparencia en un amplio rango del espectro electromagnético [18].

1.3.5.2. Vidrios de sosa-cal

Es uno de los vidrios comerciales más ampliamente utilizados debido a que la manufactura de sílice vítrea es muy costosa y requiere altas temperaturas de fundición. La adición de óxido de sodio a la estructura de la sílice permite disminuir la temperatura de fundición, sin embargo, también genera una pobre durabilidad en el vidrio. El reemplazo parcial de óxido de sodio por cal incrementa la durabilidad y permite la fundición a temperaturas razonables. La Figura 1.8 representa el diagrama de fases ternario para un sistema Na_2O - CaO - SiO_2 con las temperaturas de fusión en el cual se encuentran las zonas de formación de vidrio alrededor de la composición $15\text{Na}_2\text{O} \cdot 10\text{CaO} \cdot 7\text{SiO}_2$ [18]. Este tipo de vidrio se utiliza para la fabricación de vidrios planos, recipientes, utensilios prensados y soplados y lámparas que requieran poca resistencia al calor [21].

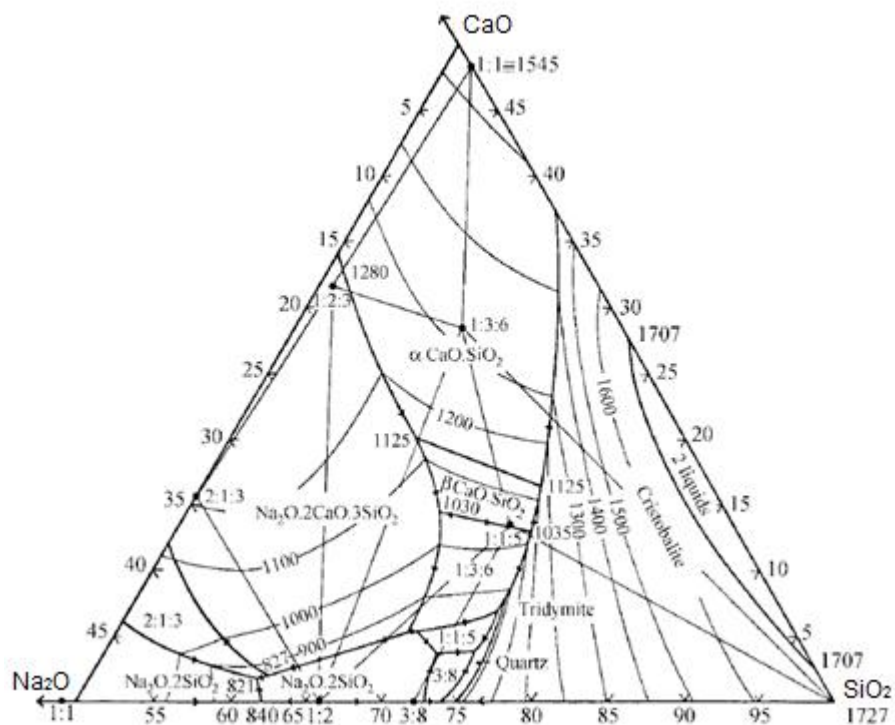


Figura 1.8. Diagrama de fase ternario para el sistema Na_2O - CaO - SiO_2 [18].

Los diagramas de fases ternarios son una representación bidimensional, en forma de triángulo equilátero, de las concentraciones de tres componentes a una presión dada. Las líneas que se observan, se denominan líneas isotérmicas y corresponden a la temperatura de fusión de las mezclas correspondientes. Para determinar la temperatura de fusión, de una mezcla de tres componentes se dibujan líneas paralelas a cada lado del triángulo, partiendo desde el punto correspondiente al porcentaje del compuesto en la mezcla tal como se puede observar en la Figura 1.9. El punto donde estas líneas convergen corresponde a la temperatura de fusión de la mezcla.

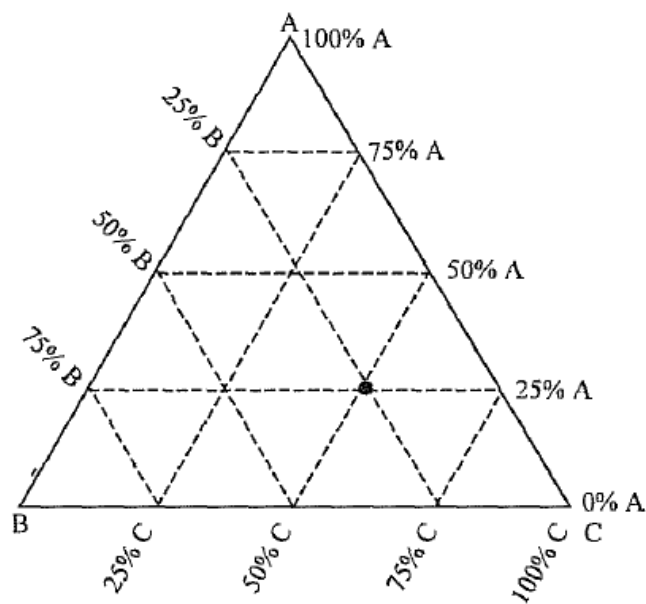


Figura 1.9. Ejemplo de diagrama de fases ternario [7].

1.3.5.3. Vidrios de borosilicato

Son producidos en un amplio rango de composiciones y por lo tanto sus propiedades variarán de la misma manera. Se caracterizan por tener óxido de boro presente en la red de

sílice, el cual debilita su estructura y disminuye su temperatura de transición vítrea. En general, independientemente de su composición, poseen una mayor resistencia térmica, durabilidad química y resistividad eléctrica que los vidrios de sosa-cal [18, 22]. El vidrio de borosilicato, conocido como Pyrex, se utiliza en equipos de laboratorio, utensilios de cocina, faros, entre otros. Las Figuras 1.10 y 1.11 representan los diagramas de fases ternario para los sistemas $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ y $\text{CaO}-\text{SiO}_2-\text{B}_2\text{O}_3$ respectivamente.

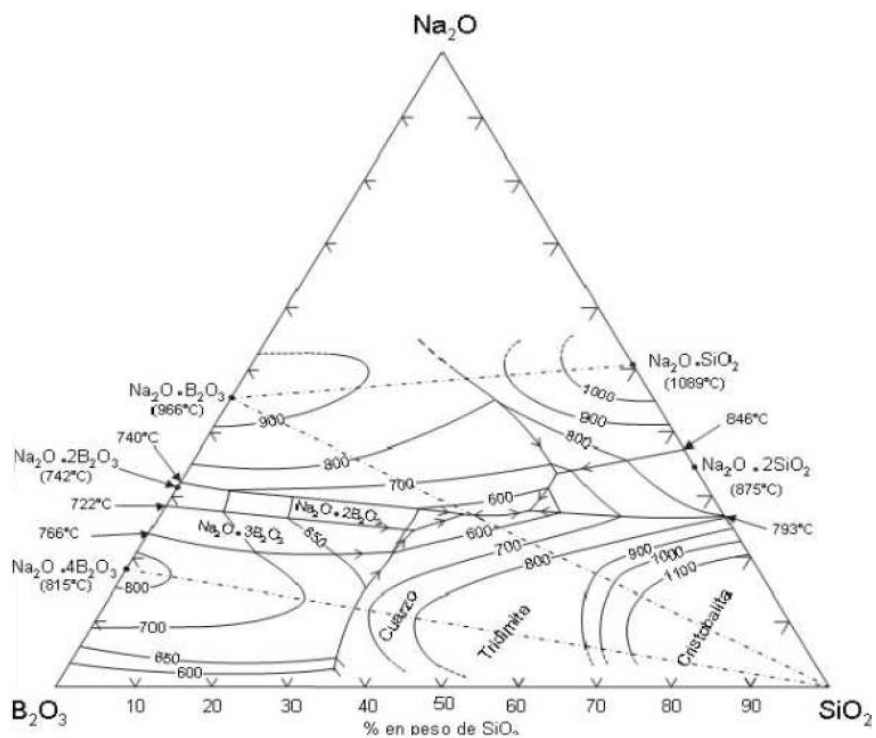


Figura 1.10. Diagrama de fases ternario para el sistema $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ [12].

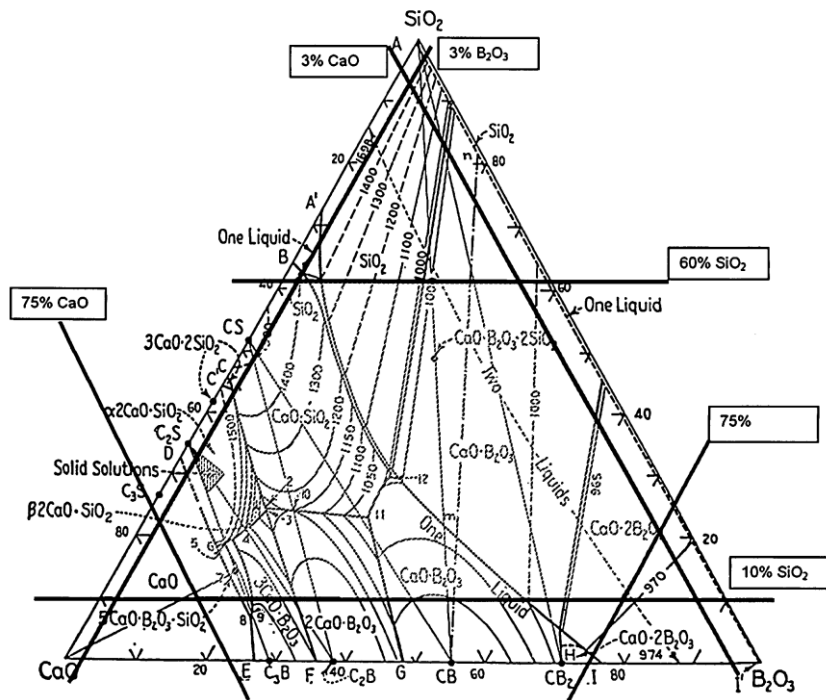


Figura 1.11. Diagrama de fases ternario para el sistema $\text{CaO-SiO}_2\text{-B}_2\text{O}_3$

1.3.5.4. Vidrios de plomo

El óxido de plomo, al ser un modificador de red, genera vidrios con bajos puntos de fusión. Se utilizan principalmente como protectores de radiación de alta energía, ventanas de radiación, lámparas fluorescentes, tubos de televisor y decoraciones [22].

1.3.6. Materias primas para la fabricación de vidrios

Los vidrios pueden ser fabricados a partir de reactivos químicos de alta pureza en el caso de investigaciones científicas, en la fabricación de vidrios ópticos y otros productos de alta tecnología. Caso contrario, la mayoría de productos comerciales son producidos a partir de minerales o reactivos de bajo costo. Los minerales y reactivos comúnmente utilizados y su factor gravimétrico para los óxidos de interés se encuentran enlistados en la Tabla 1.3. El

factor gravimétrico es la cantidad necesaria para producir una unidad de peso del componente de vidrio.

Tabla 1.3. Materias primas para la fabricación de vidrio [18]

Nombre común	Composición	Factor gravimétrico
Albita	$\text{Na}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-6\text{SiO}_3$	$\text{Na}_2\text{O} = 8,46$ $\text{Al}_2\text{O}_3 = 5,14$ $\text{SiO}_2 = 1,45$
Alúmina	Al_2O_3	$\text{Al}_2\text{O}_3 = 1,00$
Aragonita	CaCO_3	$\text{CaO} = 1,78$
Barita	BaSO_4	$\text{BaO} = 1,52$
Bórax	$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$	$\text{Na}_2\text{O} = 6,14$ $\text{B}_2\text{O}_3 = 2,74$
Bórax anhidro	$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$	$\text{Na}_2\text{O} = 3,25$ $\text{B}_2\text{O}_3 = 1,45$
Ácido bórico	$\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	$\text{B}_2\text{O}_3 = 1,78$
Nombre común	Composición	Factor gravimétrico
Potasa cáustica	KOH	$\text{K}_2\text{O} = 1,19$
Sosa cáustica	NaOH	$\text{Na}_2\text{O} = 1,29$
Dolomita	$\text{CaCO}_3 - \text{MgCO}_3$	$\text{CaO} = 3,29$ $\text{MgO} = 4,58$
Cal	CaO	$\text{CaO} = 1,00$
Calcita	CaCO_3	$\text{CaO} = 1,78$
Litargirio	PbO	$\text{PbO} = 1,00$
Microclina	$\text{K}_2\text{O} - \text{Al}_2\text{O}_3 - 6\text{SiO}_2$	$\text{K}_2\text{O} = 5,91$ $\text{Al}_2\text{O}_3 = 5,46$ $\text{SiO}_2 = 1,54$
Potasa	$\text{K}_2\text{O} - \text{K}_2\text{CO}_3$	$\text{K}_2\text{O} = 1,00$ $\text{K}_2\text{O} = 1,47$
Arena	SiO_2	$\text{SiO}_2 = 1,00$
Ceniza de soda	Na_2CO_3	$\text{Na}_2\text{O} = 1,71$
Metasilicato de sodio	$\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	$\text{Na}_2\text{O} = 2,65$ $\text{SiO}_2 = 2,73$

Las materias primas listadas en la Tabla 1.3 se dividen en cinco categorías dependiendo el papel que cumplen en el proceso de formación de vidrio y son: formadores de red, fundentes, modificadores de red, colorantes y agentes refinadores. Cabe destacar que algunas materias primas como la alúmina puede se clasificada en diferentes categorías cuando son utilizadas para diferentes propósitos.

CAPÍTULO II

2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

En el presente proyecto de investigación se busca incorporar vidrio borosilicatado a la estructura del carbón activado y determinar las principales propiedades fisicoquímicas del producto obtenido. Para esta finalidad se realizaron una serie de estudios para obtener el compuesto más adecuado para la recuperación de oro. A continuación se detalla la metodología utilizada.

2.1. DETERMINACIÓN DE LA COMPOSICIÓN PORCENTUAL Y TEMPERATURA NECESARIA PARA LA FORMACIÓN DE VIDRIO

Se establecieron diferentes porcentajes de silicato de sodio, tetraborato de sodio, y óxido de calcio a temperaturas de 900, 950 y 1000 °C; lo que permitió conocer qué relaciones favorecen la formación de vidrio. Las proporciones fueron efectuadas de acuerdo a la Tabla 2.1

Tabla 2.1. Composición porcentual en peso de reactivos para la elaboración de vidrio

# Muestra	% Na ₂ SiO ₃	% Na ₂ B ₄ O ₇	% CaO
V1	75	25	0
V2	50	50	0
V3	25	75	0
V4	70	20	10
V5	45	45	10
V6	20	70	10
V7	65	15	20
V8	40	40	20
V9	15	65	20

Las proporciones fueron escogidas de tal manera que se pueda apreciar visualmente el efecto de la incorporación de los óxidos modificadores en la estructura del vidrio.

Las fundiciones fueron llevadas a cabo utilizando 10 gramos de mezcla, previamente molida en mortero de porcelana, en un recipiente de cerámica y calentadas en una mufla de laboratorio marca Fisher Scientific modelo Isotemp a las respectivas temperaturas por un período de tres horas. Finalizado el calentamiento se dejó enfriar las muestras en el interior del horno con la puerta abierta hasta alcanzar temperatura ambiente. Los resultados obtenidos permitirán conocer qué mezclas formaron vidrio, para ser posteriormente incorporadas a la estructura del carbón activo.

Para la elaboración de los vidrios se emplearon metasilicato de sodio pentahidratado, tetraborato de sodio decahidratado y óxido de calcio grado técnico como materias primas para la carga fundente.

2.2. EVALUACIÓN DE LA MÍNIMA CANTIDAD DE CARGA FUNDENTE NECESARIA PARA RECUBRIR CARBÓN ACTIVADO

Se desarrollaron seis compósitos diferentes. Se mezclaron 100 mL de solución de silicato de sodio de concentraciones 7,5, 15, 22,5, 30 y 37,5 % y 200 mL de tetraborato de sodio de concentraciones 1,25, 2,5, 3,75, 5 y 6,25 % respectivamente, para tener en total 10, 20, 30, 40, 50 y 60 gramos de carga fundente, guardando la relación $\text{Na}_2\text{SiO}_3:\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 3:1, con 100 g de carbón activado previamente tamizado en malla #8 (2,36 mm de abertura) para eliminar las fracciones de tamaño menor al nominal.

Cada mezcla fue agitada en agitador magnético por un periodo de 2 horas a 90 °C; finalizado el tiempo se elevó la temperatura a 300 °C hasta alcanzar sequedad. Posteriormente las muestras fueron colocadas en recipientes cerámicos, cubiertos con tapa de cerámica y fundidas en una mufla de laboratorio marca Fisher Scientific modelo Isotemp a 950 °C por 3 horas.

A continuación las muestras fueron enfriadas hasta temperatura ambiente y se retiraron de los recipientes; se colocaron en un vaso de precipitación de 1000 mL, se agregaron 500 mL de agua destilada y se procedió a agitar utilizando un agitador mecánico para remover las fracciones frágiles. Finalmente, los compósitos fueron filtrados con un cedazo, secados en estufa marca Memmert modelo UNB 500 por un período de 24 horas a 100 °C y tamizados en malla #8.

Se determinó la dureza y el índice de yodo (ver anexos IV y V) de las muestras obtenidas con el fin de determinar la cantidad óptima de vidrio que se necesita para recubrir carbón activado.

El carbón activado empleado para el desarrollo de los compósitos fue carbón granular producido a partir de cuescos de palmiste activado con vapor de agua provisto por el Departamento de Metalurgia Extractiva de la Escuela Politécnica Nacional.

2.3. DESARROLLO DE COMPÓSITOS DE CARBÓN ACTIVADO-VIDRIO

Los compósitos fueron desarrollados con 100 g de carbón activado, previamente tamizado en malla #8, mezclándolo con 100 mL de solución de silicato de sodio y 200 mL de tetraborato de sodio, para tener en total 50 g de carga fundente. La composición de cada carga fundente se preparó de acuerdo a la Tabla 2.2 tomando en cuenta sólo las muestras que fundieron completamente. Cada mezcla fue agitada en agitador magnético por un periodo de 2 horas a 90 °C; finalizado el tiempo se elevó la temperatura a 300 °C hasta alcanzar sequedad. Posteriormente las muestras fueron colocadas en recipientes cerámicos, cubiertos con tapa de cerámica y fundidas en una mufla de laboratorio marca Fisher Scientific modelo Isotemp a 950 °C por 3 horas.

A continuación las muestras fueron enfriadas hasta temperatura ambiente y se retiraron de los recipientes; se colocaron en un vaso de precipitación de 1000 mL, se agregaron 500 mL de agua destilada y se procedió a agitar utilizando un agitador mecánico para remover las fracciones frágiles. Finalmente, los compósitos fueron filtrados con un cedazo, secados en estufa marca Memmert modelo UNB 500 por un período de 24 horas a 100 °C y tamizados en malla #8. El proceso fue realizado por duplicado para cada muestra.

Tabla 2.2. Composición de las cargas fundentes

Muestra			Na ₂ SiO ₃ [% m/V]	Na ₂ B ₄ O ₇ [% m/V]	CaO [g]
900 °C	950 °C	1000 °C			
C1	C10	C19	37,5	6,25	0
C2	C11	C20	25,0	12,5	0
C3	C12	C21	12,5	18,75	0
C4	C13	C22	35,0	10,0	5
C5	C14	C23	22,5	11,25	5
C6	C15	C24	10,0	17,5	5
C7	C16	C25	32,5	3,75	10
C8	C17	C26	20,0	10,0	10
C9	C18	C27	7,50	16,25	10

En la Figura 2.1 se presenta el diagrama de flujo correspondiente a la producción de compósitos de vidrio-carbón activado.

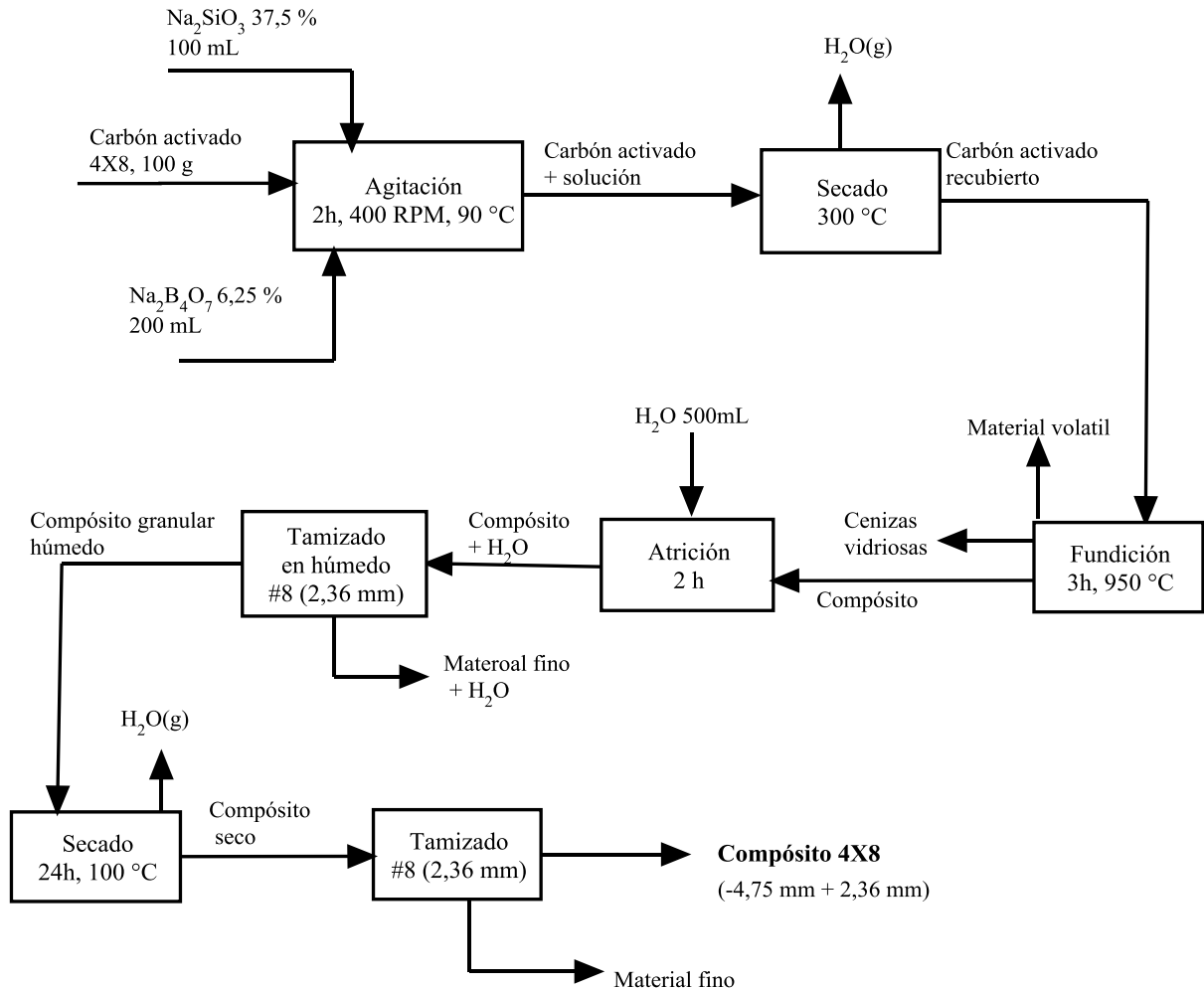


Figura 2.1. Diagrama de flujo de la producción de compósitos carbón activado-vidrio.

2.4. CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA Y ESTRUCTURAL DE LOS COMPÓSITOS DESARROLLADOS

Se determinaron las principales características fisicoquímicas de los compósitos obtenidos como son: dureza, superficie específica, humedad, cenizas, material volátil, carbono fijo,

estructura interna, capacidad y cinética de adsorción de oro. Los resultados obtenidos con los compósitos fueron comparados con los del carbón activado.

2.4.1. Dureza

Se define como el porcentaje de carbón activado de una muestra pesada que se retiene en un tamiz de abertura cercana a la mitad de la abertura del tamiz que define el tamaño de partícula nominal, después de ser sometida a un periodo de agitación con un número definido de bolas de acero.

2.4.1.1. Materiales

- Tamiz de malla # 8 (abertura 2,36 mm) de 8 pulgadas de diámetro.
- Tamiz de malla # 16 (abertura 1,18 mm) de 8 pulgadas de diámetro.
- Base receptora y tapa para tamices de 8 pulgadas de diámetro.
- Probeta graduada de 100 mL.
- Esferas de acero de 1/2 y 3/8 de pulgada.
- Vaso de precipitación de 250 mL

2.4.1.2. Equipos

- Agitador mecánico horizontal de tamices W.S. Tyler.
- Balanza electrónica marca Ohaus modelo Traveler.

2.4.1.3. Procedimiento

- Medir aproximadamente 125 mL de muestra de carbón activado utilizando una probeta graduada.
- Tamizar la muestra a su tamaño de partícula nominal.
- Medir 100 mL de muestra tamizada utilizando una probeta graduada previamente tarada, y pesar en una balanza electrónica semianalítica.
- Colocar la muestra medida sobre la base receptora de tamices y añadir las esferas de acero.
- Colocar la base receptora junto con cinco tamices adicionales en el agitador. Tamizar por un período de 30 minutos.
- Al finalizar el período de agitación, retirar las esferas de acero y transferir la muestra a un tamiz de abertura igual a la mitad del tamaño de partícula nominal, y agitar por 10 minutos.
- Finalizado el periodo de agitación, transferir la muestra a un vaso de precipitación previamente tarado. Pesar la muestra en balanza semianalítica.

La determinación de dureza se realizó de acuerdo al método ASTM D3802-10 [23] y a la norma ecuatoriana NTE INEN 1989:94 [24] (ver Anexos IV y VII) utilizando un agitador mecánico horizontal de tamices W.S. Tyler (Figura 2.2) en lugar de un agitador automático Ro-Tap.



Figura 2.2. Agitador mecánico de tamices horizontal

2.4.2. Índice de yodo

El número de yodo está definido como los miligramos de yodo adsorbido por un gramo de carbón activado cuando la concentración del yodo del filtrado residual es 0,02 N y sirve como medición de la microporosidad. Cabe destacar que la relación entre número de yodo y el área superficial no puede ser generalizada debido a las variaciones en la materia prima del carbón, condiciones del proceso y distribución del volumen de poro [25]. De igual forma el número de yodo solo indica la capacidad de adsorción de dicho elemento, por lo tanto la capacidad de adsorción de otros compuestos puede variar.

2.4.2.1. Materiales

- Bureta de vidrio de 50 mL.
- Matraces Erlenmeyer.
- Balones aforados de 100 y 1000 mL.
- Pipetas volumétricas de 5, 10, 25 y 50 mL.

- Probeta graduada de 100 mL.
- Desecador de vidrio.
- Papel filtro retentivo.
- Tamiz de malla # 100 (abertura 0,150 mm) de 8 pulgadas de diámetro.
- Tamiz de malla # 325 (abertura 0,045 mm) de 8 pulgadas de diámetro.

2.4.2.2. Equipos

- Balanza analítica marca Metler Toledo modelo AB204.
- Estufa marca Memmert modelo UNB 500.
- Plancha de calentamiento.

2.4.2.3. Reactivos

- Ácido clorhídrico 37,3%.
- Tiosulfato de sodio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) grado analítico.
- Cristales de yodo resublimado grado analítico.
- Yoduro de potasio (KI) grado analítico.
- Yodato de potasio (KIO_3) grado analítico.
- Almidón soluble.

2.4.2.4. Procedimiento

- Moler una muestra representativa de carbón hasta que el 60 % pase un tamiz de malla # 325, y 95 % de la misma pase un tamiz # 100.
- Secar una porción de la muestra pulverizada a 150 °C por un periodo de 24 horas.
- Pesar una cantidad conocida de carbón en una balanza analítica, colocar en un matraz Erlenmeyer y agregar 10 mL de HCl 5% p/p.

- Colocar el Erlenmeyer en una plancha de calentamiento y llevar a ebullición por 30 segundos.
- Dejar enfriar el Erlenmeyer hasta temperatura ambiente y agregar 50 mL de solución de yodo 0,1 N.
- Tapar el matraz erlenmeyer y agitar vigorosamente durante 30 segundos, filtrar a través de papel filtro retentivo.
- Tomar 25 mL de alícuota con una pipeta volumétrica, colocarlos en un matraz Erlenmeyer y titular con solución estándar de tiosulfato de sodio 0,1 N. Agregar 1 mL de solución de almidón al momento que se produzca una coloración amarilla y continuar la titulación hasta que la coloración desaparezca.
- Realizar el procedimiento por duplicado.

La determinación del índice de yodo se realizó de acuerdo al método ASTM D4607-94 [25] y la norma ecuatoriana NTE INEN 1988:2013 [26] (ver Anexos V y VIII).

2.4.3. Humedad

La humedad se define como la pérdida de peso por calentamiento a 150°C, correspondiente a la cantidad de agua libre, de una muestra de carbón activo en un crisol de porcelana previamente tarado.

2.4.3.1. Materiales

- Cápsulas de porcelana con tapa.
- Desecador de vidrio.

2.4.3.2. Equipos

- Balanza analítica marca Metler Toledo modelo AB204.
- Estufa marca Memmert modelo UNB 500.

2.4.3.3. Procedimiento

- Pesar aproximadamente 1 g de muestra en un crisol de porcelana previamente tarado.
- Colocar el crisol en una estufa de laboratorio y calentar a 150 °C por un periodo de 3 horas.
- Retirar el crisol y dejar enfriar en un desecador de vidrio hasta alcanzar temperatura constante.
- Pesar en balanza analítica.
- Realizar el procedimiento por duplicado.

La determinación de humedad se realizó de acuerdo al método ASTM D2867-09 [27] (ver Anexo I).

2.4.4. Cenizas

El contenido de cenizas se define como el residuo sólido, correspondiente a la cantidad de compuestos inorgánicos, después de calcinación a 650°C de una muestra de carbón activado.

2.4.4.1. Materiales

- Cápsulas de porcelana con tapa.
- Desecador de vidrio.

2.4.4.2. Equipos

- Balanza analítica marca Metler Toledo modelo AB204.
- Mufla de laboratorio marca Fisher Scientific modelo Isotemp.

2.4.4.3. Procedimiento

- Pesar aproximadamente 1 g de muestra en un crisol de porcelana previamente tarado.
- Colocar el crisol en una mufla de laboratorio y calentar a 650 °C por un periodo de 5 horas.
- Retirar el crisol y dejar enfriar en un desecador de vidrio hasta alcanzar temperatura constante.
- Pesar en balanza analítica.
- Realizar el procedimiento por duplicado.

La determinación del contenido de cenizas se realizó de acuerdo al método ASTM D2866-11 [28] (ver Anexo II).

2.4.5. Material volátil

El contenido de material volátil se define como la pérdida de masa resultante del calentamiento de una muestra de carbón activo bajo condiciones estrictas de tiempo (7 min) y temperatura (950°C) en un crisol de porcelana cerrado previamente tarado, menos la cantidad de humedad previamente determinada.

2.4.5.1. Materiales

- Cápsulas de porcelana con tapa.
- Desecador de vidrio.

2.4.5.2. Equipos

- Balanza analítica marca Metler Toledo modelo AB204.
- Mufla de laboratorio marca Fisher Scientific modelo Isotemp.

2.4.5.3. Procedimiento

- Pesar aproximadamente 1 g de muestra en un crisol de porcelana previamente tarado.
- Colocar el crisol tapado en una mufla de laboratorio y calentar a 950 °C por 7 minutos.
- Retirar el crisol y dejar enfriar en un desecador de vidrio hasta alcanzar temperatura constante.
- Pesar en balanza analítica.
- Realizar el procedimiento por duplicado.

La determinación del material volátil se realizó de acuerdo al método ASTM D5832-98 [29] (ver Anexo III).

2.4.6. Carbono fijo

Se define como la cantidad de material orgánico no volátil presente en una muestra de carbón activo, y equivale al 100% de la muestra menos la humedad, cenizas y material volátil.

2.4.7. Estructura interna

Se utilizó Microscopía Óptica y Microscopía Electrónica de Barrido en el mejor compuesto desarrollado con el fin de observar los cambios en las imágenes del compuesto sintetizado, respecto al carbón activado original, producidos por la impregnación de vidrio. Las imágenes fueron obtenidas utilizando un microscopio óptico Olympus Modelo SZX16-SZX10 (Figura 2.3) y un microscopio electrónico de barrido TESCAN VEGA LMU con analizador EDS Bruker (Figura 2.4).

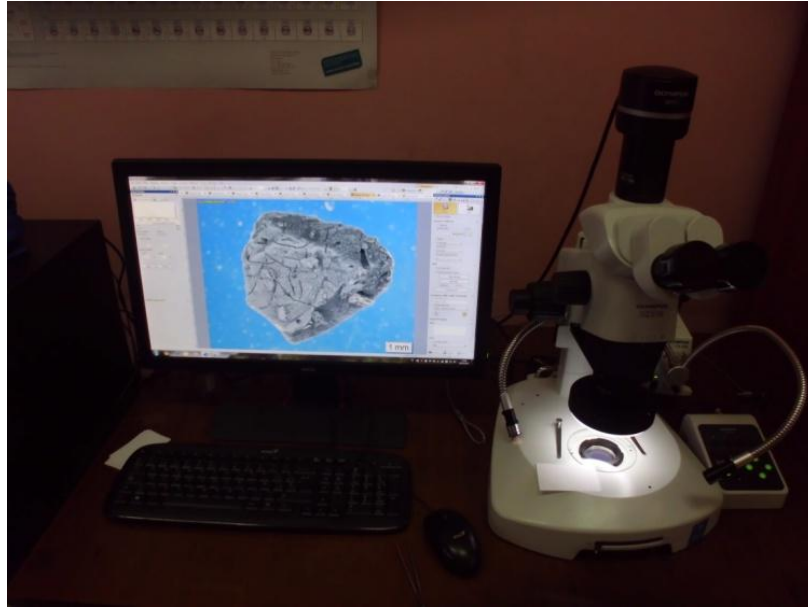


Figura 2.3. Microscopio óptico Olympus.



Figura 2.4. Microscopio electrónico de barrido TESCAN VEGA LMU.

2.4.8. Capacidad de adsorción de oro

2.4.8.1. Materiales

- Matraces Erlenmeyer.
- Planchas de agitación.
- Agitadores magnéticos.
- Pipeta volumétrica de 100 mL.
- Embudo de vidrio
- Papel filtro retentivo.

2.4.8.2. Reactivos

- Solución estándar de oro de 100 mg/L.
- Cianuro de sodio grado analítico.
- Hidróxido de sodio grado analítico.

2.4.8.3. Equipos

- Espectrofotómetro de absorción atómica PerkinElmer AAnalyst 300.

2.4.8.4. Procedimiento

Se realizó una isoterma de adsorción de oro tanto para el compósito como para el carbón activo de acuerdo al método propuesto en la bibliografía [30]. Se preparó 1 L de solución cianurada (1 g/L de NaCN) de 10 mg/L de oro regulando previamente el pH a 10,5. Para la preparación se disolvió 1 g de cianuro de sodio en agua destilada, se llevo el pH a 10,5 con

NaOH, se agregaron 100 mL de una solución estándar de oro de 100 mg/L y se aforó con agua destilada.

Se colocaron 100 mL de solución cianurada con oro en cuatro matraces Erlenmeyer y se agregó a estos 0,01; 0,10; 1,00 y 10,0 g de carbón activado respectivamente. Cada solución con carbón fue agitada con el uso de agitadores magnéticos por un periodo de 24 horas. Finalizado el tiempo se filtraron las soluciones con papel filtro retentivo y se tomaron alícuotas de cada solución. En último lugar se determinó la cantidad de oro presente en cada solución por espectrofotometría de absorción atómica con flama en un equipo PerkinElmer AAnalyst 300.

De acuerdo a los resultados obtenidos se graficó la cantidad de oro adsorbido por unidad de masa de carbón frente a la concentración residual de oro en la solución cianurada, y se determinaron las constantes k y n de adsorción.

2.4.9. Cinética de adsorción de oro

2.4.9.1. Materiales

- Matraces Erlenmeyer.
- Planchas de agitación.
- Agitadores magnéticos.
- Pipeta volumétrica de 100 mL.
- Embudo de vidrio

- Papel filtro retentivo.

2.4.9.2. Reactivos

- Solución estándar de oro de 100 mg/L.
- Cianuro de sodio grado analítico.
- Hidróxido de sodio grado analítico.

2.4.9.3. Equipos

- Espectrofotómetro de absorción atómica PerkinElmer AAnalyst 300.

Se determinó la cinética de adsorción tanto para el compósito como para el carbón activo de acuerdo al método propuesto en la bibliografía [30]. Se preparó 1 L de solución cianurada (1 g/L de NaCN) de 10 mg/L de oro regulando previamente el pH a 10,5. Para la preparación se disolvió 1 g de cianuro de sodio en agua destilada, se llevo el pH a 10,5 con NaOH; se agregaron 100mL de una solución estándar de oro de 100 mg/L y se aforó con agua destilada.

Se colocaron 100 mL de solución cianurada con oro en cuatro matraces Erlenmeyer y se añadió a cada uno 0,5 g de carbón activado. Las soluciones con carbón se sometieron a agitación empleando agitadores magnéticos por un periodo de 15, 30, 60, 120 y 180 minutos. Finalizado el tiempo, se filtraron las soluciones con papel filtro retentivo y se tomaron alícuotas de cada solución. Posteriormente se determinó la cantidad de oro presente en cada solución por espectrofotometría de absorción atómica con flama en un

equipo PerkinElmer AAnalyst 300. Con los resultados obtenidos se graficó el porcentaje de oro adsorbido en función del tiempo.

CAPÍTULO III

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los compósitos de carbón activado y vidrio fueron sintetizados por adsorción de las materias primas en solución e impregnación al momento de secar. Se realizaron una serie de estudios para determinar las cantidades necesarias de materias primas para recubrir una cantidad determinada de carbón activo y el efecto que tiene dicho recubrimiento en las propiedades físicas y químicas del carbón.

3.1. DETERMINACIÓN DE LA COMPOSICIÓN PORCENTUAL Y TEMPERATURA NECESARIA PARA LA FORMACIÓN DE VIDRIO

Se eligieron como materias primas metasilicato de sodio pentahidratado y bórax decahidratado por la solubilidad que presentan en agua a diferencia de los óxidos que los forman (Na_2O , SiO_2 , B_2O_3). Además de las sales mencionadas se utilizó óxido de calcio en algunos compósitos debido a sus propiedades como modificador y estabilizador de red. La cantidad empleada de cada materia prima junto con la cantidad real de óxidos (ver anexo VIII) que fueron fundidos se encuentra en la Tabla 3.1.

Tabla 3.1. Cantidad empleada de cada materia y cantidad real de óxidos a fundir.

Muestra	Materias Primas [g]				Cantidad de óxidos [g]				
	Na ₂ SiO ₃ · 5H ₂ O	Na ₂ B ₄ O ₇ · 10H ₂ O	CaO	Total	SiO ₂	B ₂ O ₃	Na ₂ O	CaO	Total
V1	7,50	2,50	0,00	10,00	2,75	0,91	3,24	0,00	6,90
V2	5,00	5,00	0,00	10,00	1,83	1,82	2,70	0,00	6,36
V3	2,50	7,50	0,00	10,00	0,92	2,74	2,16	0,00	5,82
V4	7,00	2,00	1,00	10,00	2,56	0,73	2,97	1,00	7,26
V5	4,50	4,50	1,00	10,00	1,65	1,64	2,43	1,00	6,72
V6	2,00	7,00	1,00	10,00	0,73	2,55	1,89	1,00	6,18
V7	6,50	1,50	2,00	10,00	2,38	0,55	2,70	2,00	7,63
V8	4,00	4,00	2,00	10,00	1,47	1,46	2,16	2,00	7,09
V9	1,50	6,50	2,00	10,00	0,55	2,37	1,62	2,00	6,55

Una vez determinada la cantidad real de óxidos presentes en cada muestra se procedió a determinar la composición porcentual de cada vidrio, con el fin de utilizar dichos valores en la posterior preparación de los compósitos.

Tabla 3.2. Composición porcentual en peso de los óxidos presentes en los vidrios desarrollados

Muestra	Composición porcentual			
	% SiO ₂	% B ₂ O ₃	% Na ₂ O	% CaO
V1	39,83	13,23	46,94	0,00
V2	28,81	28,70	42,49	0,00
V3	15,74	47,05	37,21	0,00
V4	35,31	10,05	40,86	13,77
V5	24,52	24,43	36,17	14,88
V6	11,85	41,32	30,65	16,18
V7	31,22	7,18	35,37	26,23
V8	20,68	20,60	30,50	28,22
V9	8,39	36,24	24,82	30,55

Como se puede observar en la Tabla 3.1 la cantidad total de óxidos presentes disminuye considerablemente respecto a los 10 gramos empleados. Esto se debe a que en el proceso

de fundición se generan reacciones de descomposición y deshidratación, por lo tanto el agua contenida en las sales es liberada en forma de vapor. Los resultados del ensayo de fundición a 900 °C se pueden apreciar en la Figura 3.1

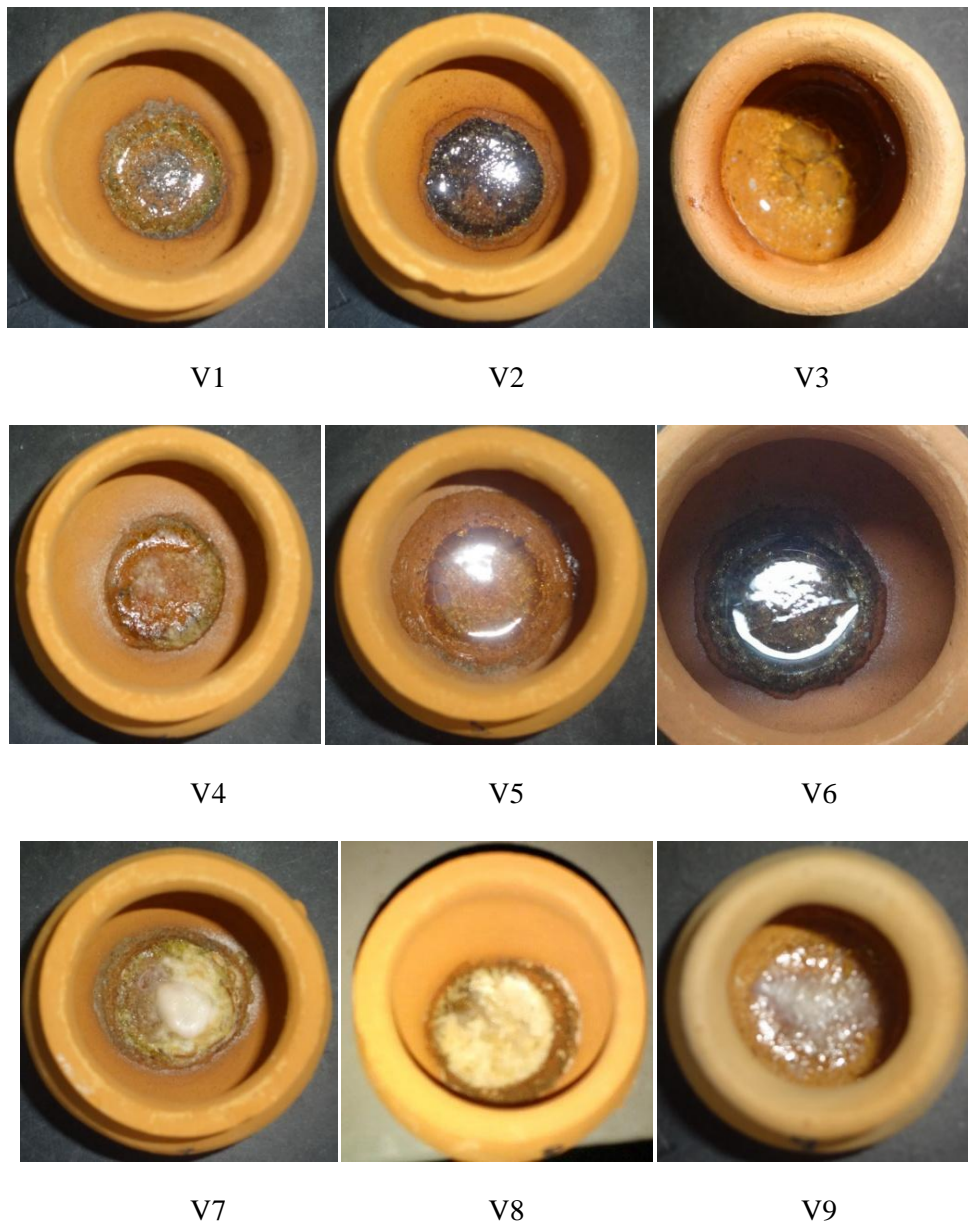


Figura 3.1. Ensayos de fundición a 900 °C

Como se puede observar, en la figura 3.1 las muestras V1, V4, V7, V8 y V9 no alcanzaron a fundir a 900 °C. Se puede notar claramente como estas muestras solo

alcanzan a formar mezclas compactas, que no han alcanzado su temperatura de transición vítrea, y por lo tanto no logran formar vidrio como las muestras V2, V3, V5 y V6. Esto se debe a la alta concentración total de óxidos modificadores de red en la composición de la mezcla respecto a la concentración de óxidos formadores. La Figura 3.2 muestra los resultados de la fundición a 950 °C.

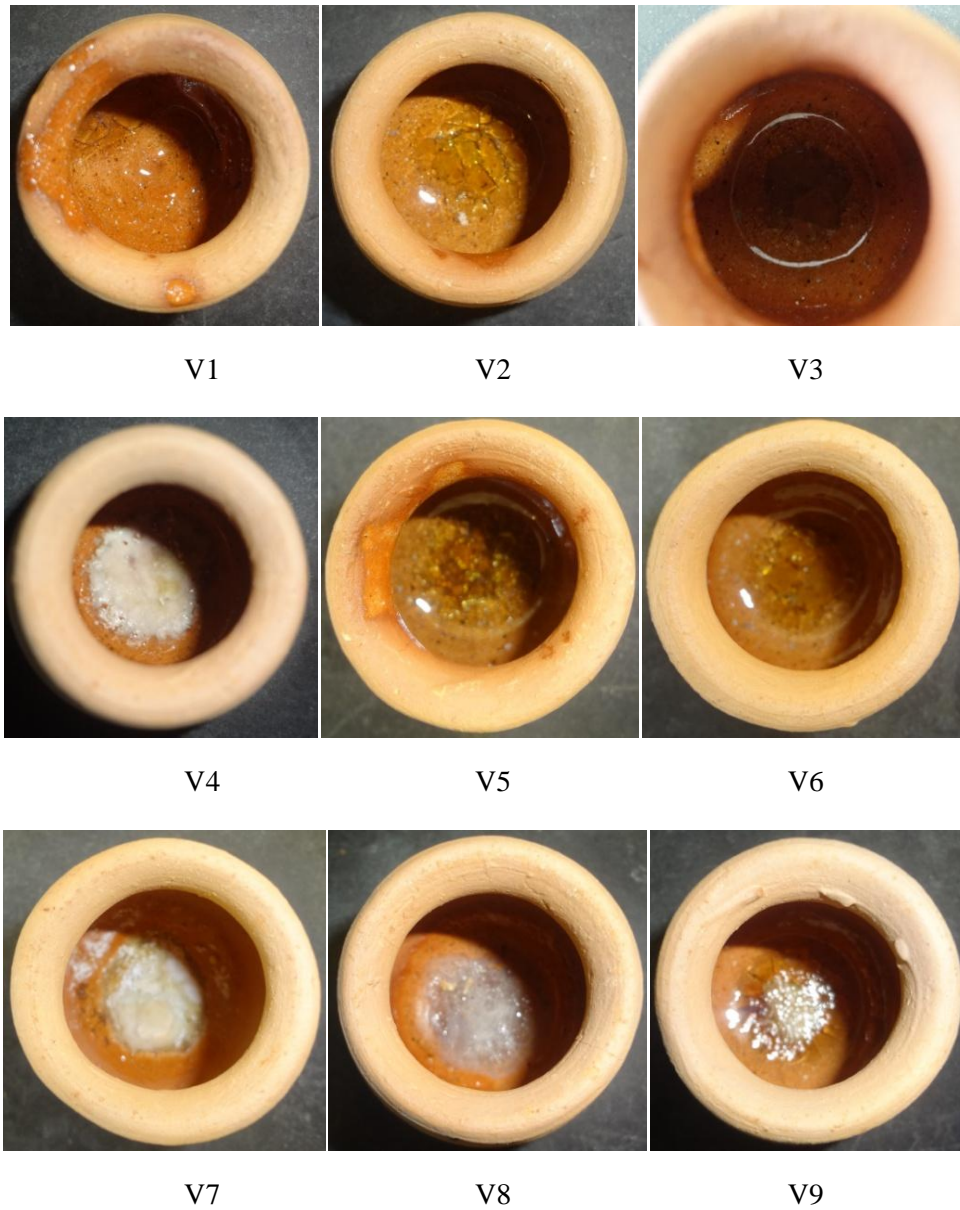


Figura 3.2. Ensayos de fundición a 950 °C

Como se puede observar en la figura 3.2 las muestras que previamente no fundieron a 900 °C empezaron a fundir a esta temperatura con la excepción de las muestras V4 y V7. De igual forma se puede apreciar que las muestras V1 y V5 logran ocupar una mayor cantidad de superficie respecto a las demás.

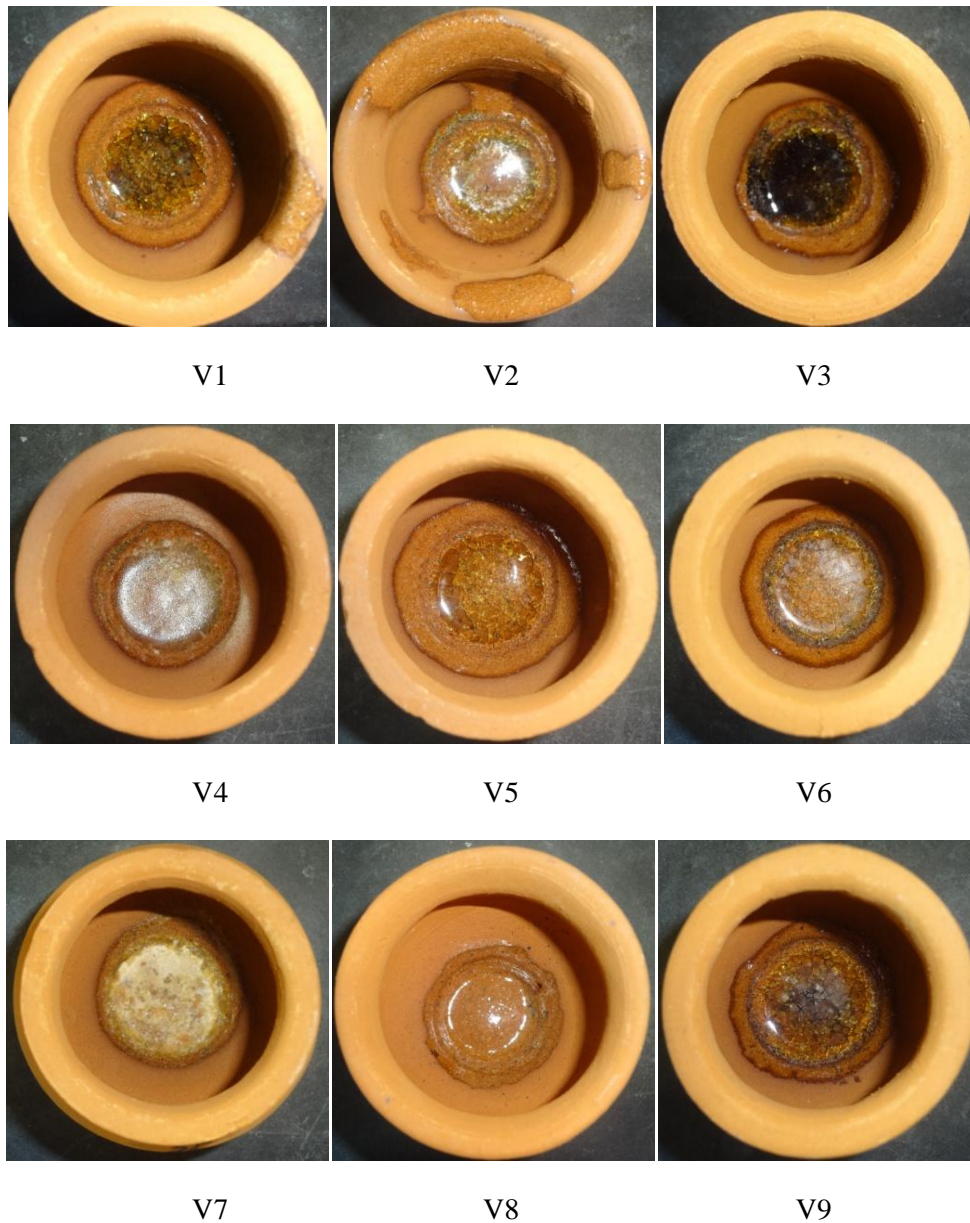


Figura 3.3. Ensayos de fundición a 1000 °C

La Figura 3.3 muestra los resultados de la fundición a 1000 °C. Se puede observar que todas las muestras con excepción de V7 fundieron completamente, mientras que la muestra V4 empezó a fundir de forma parcial. Los resultados de los ensayos de fundición encontrados para la formación de vidrio de todas las muestras se encuentran en la Tabla 3.3.

Tabla 3.3. Ensayos de fundición de vidrio

Muestra	Fundición (900 °C)	Fundición (950 °C)	Fundición (1000 °C)
V1	Parcial	Si	Si
V2	Si	Si	Si
V3	Si	Si	Si
V4	No	No	Parcial
V5	Si	Si	Si
V6	Si	Si	Si
V7	No	No	No
V8	No	Parcial	Si
V9	Parcial	si	Si

Para conocer cómo afecta la temperatura a la formación de vidrio se colocaron los porcentajes de los compuestos presentes en la mezcla en el diagrama de fases ternario correspondiente al sistema $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ [12]. Los puntos de fusión correspondientes a las mezclas que no poseen CaO como modificador de red se encuentran graficados en la Figura 3.4.

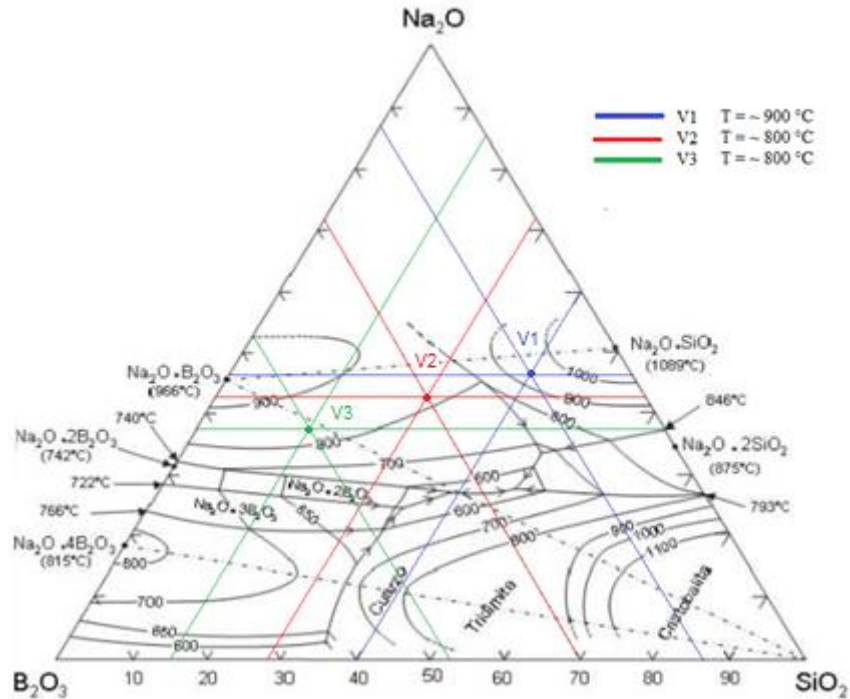


Figura 3.4. Diagrama de fases ternario $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ para los vidrios que no poseen CaO en su composición [12]

En la Figura 3.4 se puede apreciar que la temperatura de fusión mínima para la muestra V1 se encuentra entre los $900\text{ }^\circ\text{C}$ y $1000\text{ }^\circ\text{C}$, razón por la cual esta muestra fundió parcialmente a $900\text{ }^\circ\text{C}$. Por otro lado, el punto de fusión para las muestras V2 y V3 se encuentra alrededor de los $800\text{ }^\circ\text{C}$, lo que corrobora que ambas muestras hayan fundido fácilmente a $900\text{ }^\circ\text{C}$, y que para formar vidrios de estas composiciones se puede reducir la temperatura hasta los $800\text{ }^\circ\text{C}$.

En el caso de los vidrios con CaO , por presentar cuatro óxidos en su estructura se realizó una aproximación de la temperatura mínima de fusión en el diagrama de fases ternario correspondiente al sistema $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$, utilizando las concentraciones de SiO_2 y

B₂O₃. Los puntos de fusión correspondientes a las mezclas que poseen CaO como modificador de red se encuentran en la Figura 3.5.

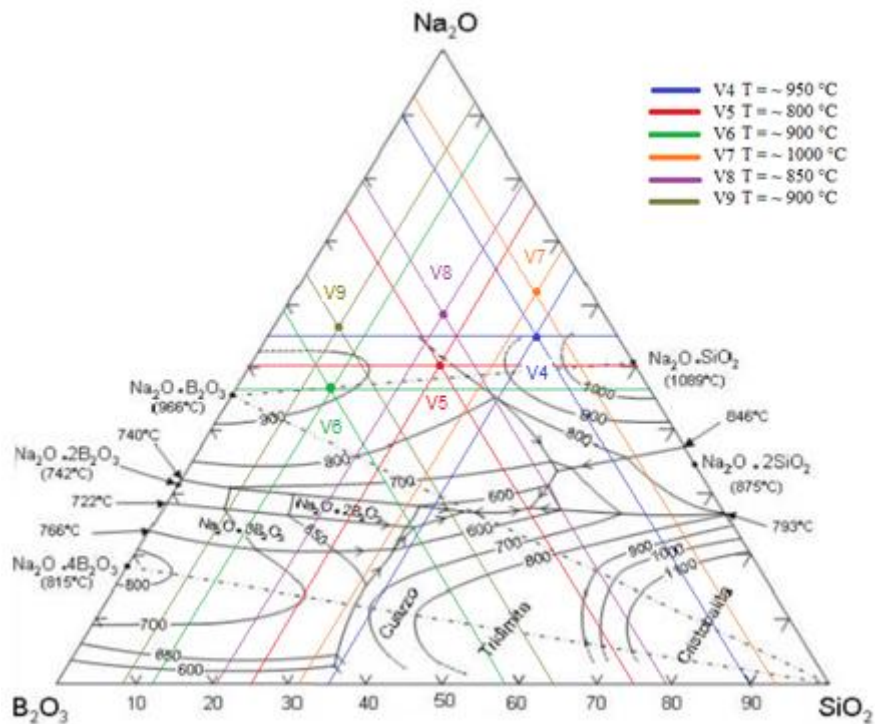


Figura 3.5. Diagrama de fase ternario Na₂O-B₂O₃-SiO₂ para los vidrios que poseen CaO en su composición

A pesar que la figura 3.5 indica que los puntos de fusión mínimo para las muestras V8 y V9 se encuentran alrededor de los 850 y 900 °C, los resultados obtenidos indican que solo se formará vidrio a partir de los 1000 y 950 °C respectivamente. De igual forma la figura 3.5 indica que el punto de fusión para las muestras V4 y V7 se encuentra entre los 950 y 1000 °C, sin embargo, ninguna de las dos muestras fundió completamente hasta los 1000 °C, por lo que ambas muestras no fueron tomadas en cuenta para el desarrollo de compósitos.

3.2. EVALUACIÓN DE LA MÍNIMA CANTIDAD DE CARGA FUNDENTE NECESARIA PARA RECUBRIR CARBÓN ACTIVADO

Se determinó la cantidad mínima de materias primas necesarias para recubrir 100 g de carbón activo granular 4X8 (-4,75 mm + 2,36 mm) y de esta forma obtener la máxima dureza posible. Se eligió la composición de la muestra V1 fundida a 950 °C debido a que el vidrio formado ocupa una mayor superficie a una temperatura relativamente baja. Se determinó la dureza y el índice de yodo en las muestras sintetizadas para determinar la cantidad óptima de carga fundente. Los resultados obtenidos se encuentran en la Tabla 3.4.

Tabla 3.4. Efecto del aumento de carga fundente en la dureza e índice de yodo

Masa de carbón [g]	Carga fundente [g]	Carga fundente / masa de carbón	% Dureza	Índice de yodo [mg/g]
100	0,0	0,0	58,25	297,99
100	10,00	0,1	58,59	271,40
100	20,00	0,2	61,78	264,18
100	30,00	0,3	65,78	188,66
100	40,00	0,4	78,06	144,43
100	50,00	0,5	82,40	108,51
100	60,00	0,6	81,00	104,58

En la Figura 3.6 se representa la forma en que varían dureza e índice de yodo en función de la relación carga fundente / carbón activado.

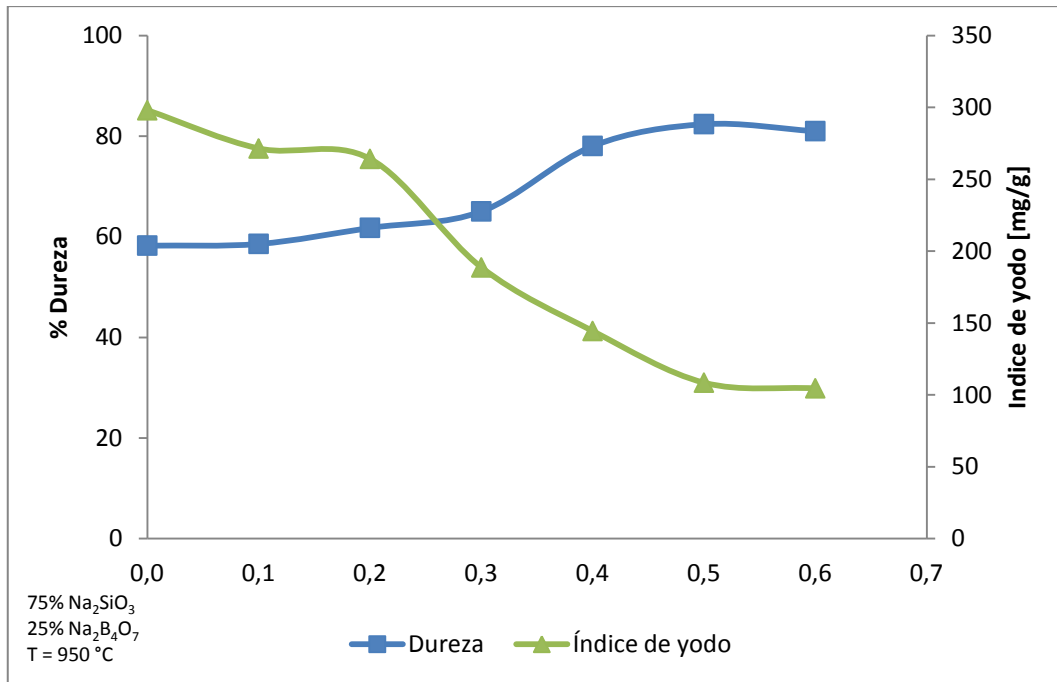


Figura 3.6. Variación de la dureza e índice de yodo en función de la relación carga fundente/masa de carbón

Como se puede observar la dureza del carbón inicialmente posee una dureza de 58,3 % hasta alcanzar un máximo de 82,4 %, que representa un incremento del 41,5%; caso contrario el índice de yodo disminuye de 298 mg/g, que corresponden al carbón puro, hasta 108,5 mg/g, que corresponde una disminución del 63,6%. Dados estos resultados se determinó que la carga fundente óptima es de 50 g por 100g de carbón activado, debido que al emplear 60 g de carga fundente por 100 g de carbón activado la dureza se mantiene relativamente al igual que el índice de yodo.

3.3. DESARROLLO DE COMPÓSITOS CARBÓN ACTIVADO-VIDRIO

Los compósitos fueron desarrollados utilizando el proceso detallado en el apartado 2.3 utilizando las mezclas que fundieron completamente. En la Tabla 3.5 se encuentran los nombres de las mezclas elaboradas junto con el número de compósito correspondiente a cada una.

Tabla 3.5. Mezclas elaboradas y sus compósitos correspondientes

Muestra	Fundición (900 °C)	# compósito	Muestra	Fundición (950 °C)	# compósito	Muestra	Fundición (1000 °C)	# compósito
V1	Parcial	C1	V1	Si	C10	V1	Si	C19
V2	Si	C2	V2	Si	C11	V2	Si	C20
V3	Si	C3	V3	Si	C12	V3	Si	C21
V4	No	C4	V4	No	C13	V4	Parcial	C22
V5	Si	C5	V5	Si	C14	V5	Si	C23
V6	Si	C6	V6	Si	C15	V6	Si	C24
V7	No	C7	V7	No	C16	V7	No	C25
V8	No	C8	V8	Parcial	C17	V8	Si	C26
V9	Parcial	C9	V9	si	C18	V9	Si	C27

Como se puede observar de los 27 compósitos previstos sólo 17 fueron elaborados debido a que sus respectivas mezclas no fundieron completamente. Los compósitos elaborados fueron el C2, C3, C5, C6, C10, C11, C12, C14, C15, C18, C19, C20, C21, C23, C24, C26 y C27. La Tabla 3.6 contiene los rendimientos obtenidos del proceso de incorporación de vidrio a la estructura del carbón activado.

Tabla 3.6. Rendimiento del desarrollo de compósitos carbón activado-vidrio

Muestra	Masa inicial de carbón [g]	Masa carga fundente [g]	Masa total [g]	Masa final [g]	% Rendimiento	% Rendimiento general
C2	200	63,6	263,6	127,2	48,3	46,1
C3	200	58,2	258,2	105,4	40,8	
C5	200	67,2	267,2	139,3	52,1	
C6	200	61,8	261,8	114,6	43,8	
C10	200	69,0	269,0	130,3	48,4	
C11	200	63,6	263,6	132,0	50,1	
C12	200	58,2	258,2	98,6	38,2	
C14	200	67,2	267,2	140,5	52,6	
C15	200	61,8	261,8	114,1	43,6	
C18	200	65,5	265,5	124,1	46,8	
C19	200	69,0	269,0	95,8	35,6	
C20	200	63,6	263,6	109,8	41,6	
C21	200	58,2	258,2	124,6	48,3	
C23	200	67,2	267,2	147,2	55,1	
C24	200	61,8	261,8	126,5	48,3	
C26	200	70,9	270,9	119,4	44,1	
C27	200	65,5	265,5	121,1	45,6	

El rendimiento para el desarrollo de los compósitos fue determinado tomando en cuenta la masa inicial total de carbón activado más la carga fundente, correspondiente a la cantidad total de óxidos añadidos. El cálculo de la masa de carga fundente utilizada se encuentra en el anexo VIII, tomando en cuenta que se emplean 100 g de mezcla en total. Como se puede observar en la Tabla 3.6, el rendimiento general es de 46,1 %. Las pérdidas se deben a la atrición generada en el momento de la agitación y en la remoción de las partes frágiles después de la fundición, lo que ocasiona que se generen fracciones menores al tamaño nominal, además, parte del carbón en la parte superior del recipiente es calcinado al momento de la fundición; de la misma manera se generan pérdidas por la formación de vidrio en las paredes de los recipientes.

3.4. CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA Y ESTRUCTURAL DE LOS COMPÓSITOS DESARROLLADOS

La caracterización fue dividida en dos partes principales: fisicoquímica y estructural. Se emplearon técnicas gravimétricas y volumétricas normadas para la determinación de humedad, material volátil, cenizas, carbono fijo y dureza e índice de yodo, mientras que para la determinación de la capacidad y cinética de adsorción de oro se empleó espectrofotometría de absorción atómica. La caracterización estructural fue llevada a cabo por microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido.

3.4.1. Caracterización fisicoquímica

3.4.1.1. Composición porcentual, índice de yodo y dureza

La caracterización fisicoquímica fue llevada a cabo para determinar el compuesto más apto para la adsorción de oro. La Tabla 3.7 contiene los resultados promedios obtenidos para las propiedades fisicoquímicas de los compósitos desarrollados y el carbón activado original. En los anexos IX, X, XI, XII, XIII y XIV se detallan los cálculos realizados, al igual que las desviaciones estándar obtenidas para cada determinación.

Tabla 3.7. Porcentajes de humedad, material volátil, cenizas, carbono fijo, dureza e índice de yodo del carbón activado inicial y de los compósitos carbón activado-vidrio

Muestra	Proporción carga fundente			T fundición [°C]	% humedad	% material volátil	% Cenizas	% Carbono fijo	Índice I ₂ [mg/g]	% Dureza
	% Na ₂ SiO ₃	% Na ₂ B ₄ O ₇	% CaO							
C.A	0	0	0	-	8,66	14,03	7,10	70,21	297,99	58,25
C2	50	50	0	900	8,63	11,36	20,49	59,52	204,58	67,18
C11				950	4,40	13,32	28,56	53,71	95,78	75,76
C20				1000	2,72	6,11	20,05	71,12	101,78	77,97
C3	25	75	0	900	5,35	11,81	17,99	64,85	195,22	62,04
C12				950	4,54	14,01	17,51	63,93	110,67	75,33
C21				1000	2,60	6,95	15,66	74,80	118,53	74,19
C5	45	45	10	900	4,67	11,95	24,14	59,24	138,64	62,11
C14				950	7,26	7,99	30,61	54,14	109,59	73,41
C23				1000	2,20	8,28	22,24	67,28	120,89	72,18
C6	20	70	10	900	4,83	9,92	24,89	60,36	117,02	60,88
C15				950	3,89	4,97	17,74	73,41	78,74	67,51
C24				1000	2,70	6,09	27,33	63,88	82,10	70,40
C10	75	25	0	950	9,60	11,27	23,97	55,15	108,51	82,40
C19				1000	5,57	4,12	27,49	62,82	91,57	83,22
C18	15	65	20	950	3,52	10,92	13,04	72,51	113,38	70,19
C27				1000	2,15	6,21	18,19	73,45	68,48	74,74
C26	40	40	20	1000	2,98	5,73	25,52	65,77	115,75	74,36

Como se puede notar en la Tabla 3.7 existe en general una disminución del contenido de humedad, material volátil y carbono fijo de los compósitos respecto al carbón activado original, de igual forma es evidente la disminución del índice de yodo, el cual baja en más del 60%, lo cual es un claro indicativo de la incorporación de vidrio a la estructura del carbón activo. Esta incorporación también es evidente en el contenido de cenizas, el cual es más del doble en todos los compósitos. Existe cierta relación entre el aumento del contenido de cenizas y la dureza de los compósitos como se indica en la figura 3.7.

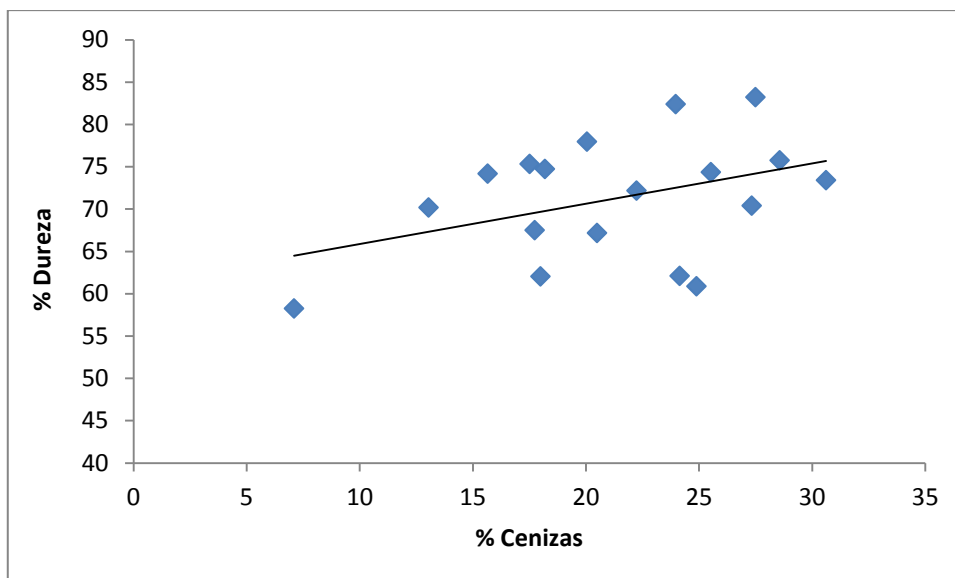
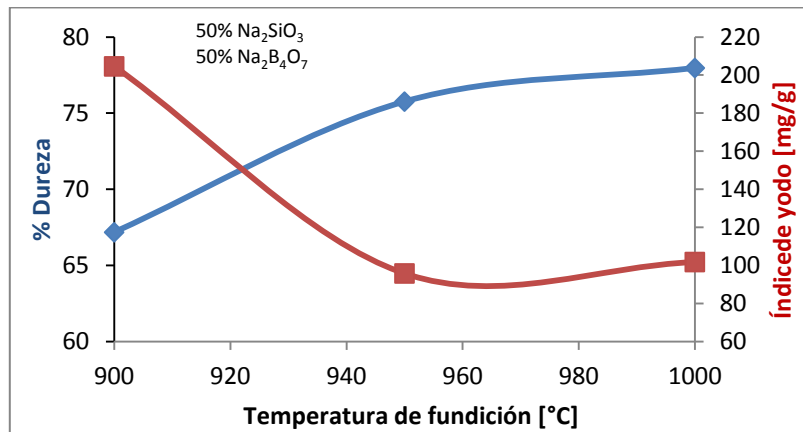


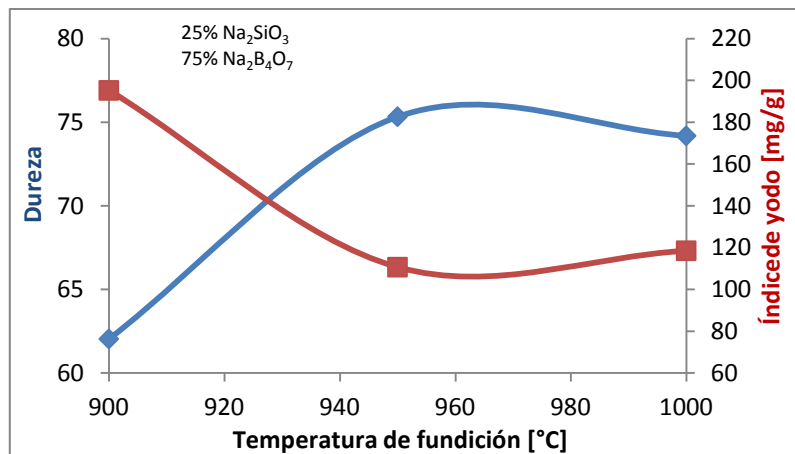
Figura 3.7. Relación de la dureza en función del contenido de cenizas

En la Figura 3.7 se demuestra, que en general, los compósitos con mayor contenido de cenizas, y por ende mayor recubrimiento, presentan una mayor dureza en relación a aquellos con un bajo contenido de cenizas. El motivo por el que algunos compósitos, a pesar de presentar un alto contenido de cenizas, presentaron un bajo porcentaje de dureza se debe a que no se puede garantizar un recubrimiento uniforme sobre la superficie del carbón.

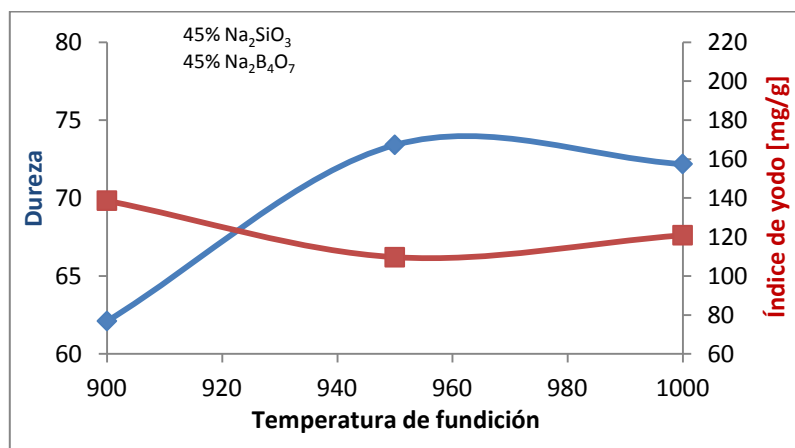
La temperatura de fundición es otro parámetro que influye en las propiedades fisicoquímicas de los compósitos desarrollados. En la Figura 3.8 se graficó la dureza y el índice de yodo en función de la temperatura de fundición para cada tipo de compósito de acuerdo a su composición, con excepción de las muestras C10, C19, C18, C27 y C26, debido a que no se puede establecer una relación entre ambas variables con solo dos puntos.



a) Compósitos elaborados con 50% de Na_2SiO_3 y 50% de $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$



b) Compósitos elaborados con 25% de Na_2SiO_3 y 75% de $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$



c) Compósitos elaborados con 45% de Na_2SiO_3 , 45% de $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ y 10% de CaO

Figura 3.8 Variación de la dureza e índice de yodo en función de la temperatura de fundición para diferentes tipos de compósitos

Claramente se puede observar en la Figura 3.8 como a medida que sube la temperatura de fusión, la dureza de los compósitos aumenta, mientras que el índice de yodo disminuye bruscamente como en el caso de la Figura 3.8 a) y 3.8 b), lo que indica que a mayor temperatura, el vidrio formado alcanza a cubrir a una mayor superficie de carbón.

Los compósitos que presentaron mejores resultados, considerando el índice de yodo y dureza, fueron las muestras C10 y C19, las cuales presentaron una dureza superior al carbón activo original del 41,5 % y 42,9 % respectivamente. Aunque otras muestras como la C2 y C3 presentaron índices de yodo de aproximadamente el doble a las muestras C10 y C11, fue la dureza el factor decisivo para elegir el mejor compósito. A pesar que la muestra C19 presenta una dureza mayor respecto a C10, su índice de yodo es considerablemente menor, haciendo que la muestra C10 sea la más adecuada para las pruebas de adsorción de oro y el análisis estructural.

3.4.1.2. Capacidad de adsorción de oro

El estudio de la capacidad de adsorción de oro fue llevado a cabo utilizando cuatro soluciones de oro en cianuro de sodio tanto para el carbón activo original como para el mejor compósito desarrollado. El tiempo de agitación seleccionado fue de 24 horas debido que se considera que cumplido este período de tiempo el sistema ha alcanzado el equilibrio. La Tabla 3.8 contiene los pesos utilizados y los resultados obtenidos para la adsorción de oro. En el anexo XV se encuentra la ecuación utilizada para determinar la cantidad de oro adsorbido por gramo de carbón activado.

Tabla 3.8. Capacidad de adsorción de oro del carbón activado original y el compuesto carbón activado-vidrio

Muestra	masa [g]	Concentración inicial [mg/L]	Concentración en el equilibrio [mg/L]	x/m [mgAu/g]
C.A.	0,0105	8,36	7,75	5,81
	0,1041		4,72	3,50
	0,9992		0,35	0,80
	10,0020		0,05	0,08
C10	0,0122	8,42	7,78	5,25
	0,1048		5,37	2,91
	1,0023		0,73	0,77
	10,0014		0,21	0,08

Con los resultados obtenidos en la Tabla 3.8 se realizó la isoterma de Freundlich graficando la cantidad de oro adsorbido por gramo de carbón vs la concentración de oro en la solución en el equilibrio como se observa en la Figura 3.9.

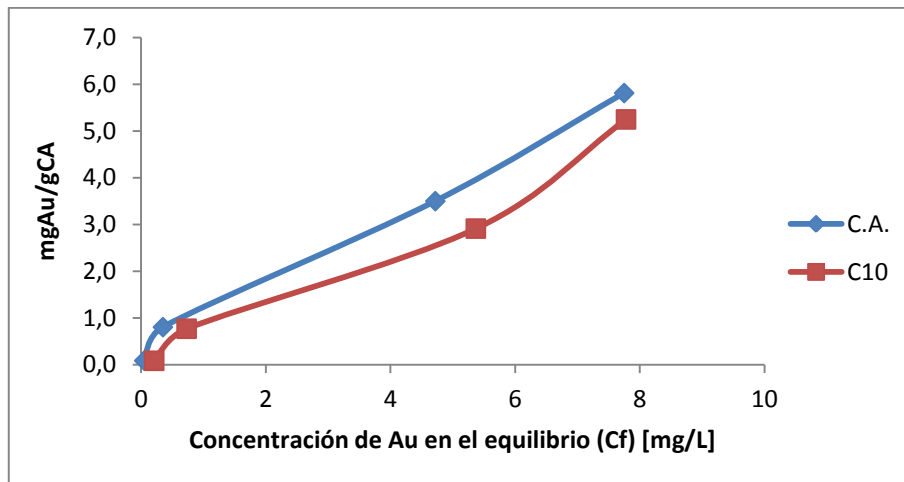


Figura 3.9. Isotherma de Freundlich de adsorción de oro

La Figura 3.9 indica que la adsorción del compuesto es menor respecto al carbón activado original como se esperaba. Para determinar las constantes k y n de adsorción se realizó la linealización de la isoterma utilizando la ecuación 1.6. Las isotermas lineales se encuentran en la Figura 3.10.

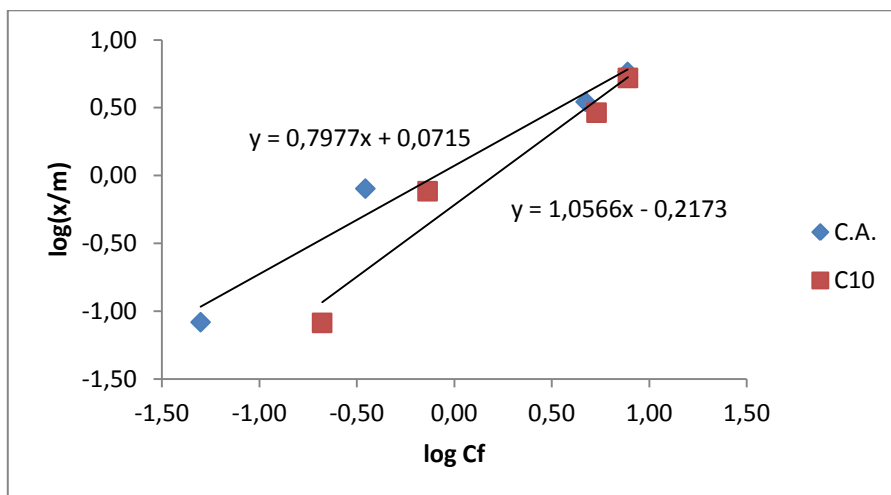


Figura 3.10. Isotherma lineal de adsorción de oro

Mediante el uso de regresión lineal se determinó la ecuación que rige a ambas isotermas para determinar las constantes de adsorción. La Tabla 3.9 tabula las constantes calculadas para cada isoterma.

Tabla 3.9. Constantes calculadas para las isotermas de Freundlich

Muestra	$\log k$	k	$1/n$	n
C.A.	0,0715	1,18	0,7977	1,25
C10	-0,213	0,61	1,0566	0,95

Las constantes determinadas indican que el carbón empleado tiene de por sí una baja capacidad de adsorción, lo cual es corroborado también por su bajo índice de yodo, sin

embargo el compósito desarrollado tiene una constante k de aproximadamente la mitad (0,61) del valor del carbón original (1,18). La construcción de las isotermas de Freundlich y sus constantes dan una idea la cantidad de carbón necesario para recuperar una cantidad determinada de oro en solución.

3.4.1.3. Cinética de adsorción de oro

El estudio de la cinética de adsorción fue llevado a cabo para determinar el tiempo necesario para recuperar una cantidad determinada de oro a diferentes intervalos de tiempo. Se llevó a cabo utilizando cuatro soluciones cianuradas de oro tanto para el carbón activo original como para el mejor compósito desarrollado. La Tabla 3.10 contiene los pesos utilizados y los resultados obtenidos. En el anexo XVI se encuentra la ecuación utilizada para la determinación del porcentaje de oro adsorbido.

Tabla 3.10. Cinética de adsorción de oro del carbón activado original y el compósito carbón activado-vidrio

Muestra	Tiempo [h]	masa [g]	C. inicial [mg/L]	C. final [mg/L]	% Au en solución	% Au adsorbido
C.A.	0	-	8,36	8,36	100,0	0,0
	0,25	0,5052		6,24	74,6	25,4
	0,5	0,5177		5,80	69,4	30,6
	1,0	0,5207		4,09	48,9	51,1
	2,0	0,5044		3,20	38,3	61,7
	3,0	0,5054		1,96	23,4	76,6
C10	0	-	8,42	8,42	100,0	0,0
	0,25	0,5045		7,07	84,0	16,0
	0,5	0,5060		5,80	68,9	31,1
	1	0,5088		5,69	67,6	32,4
	2	0,5669		4,10	48,7	51,3
	3	0,5052		3,20	38,0	62,0

Con los datos obtenidos se procedió a graficar el porcentaje de oro adsorbido en función del tiempo transcurrido. La Figura 3.11 muestra los datos cinéticos obtenidos para ambas muestras.

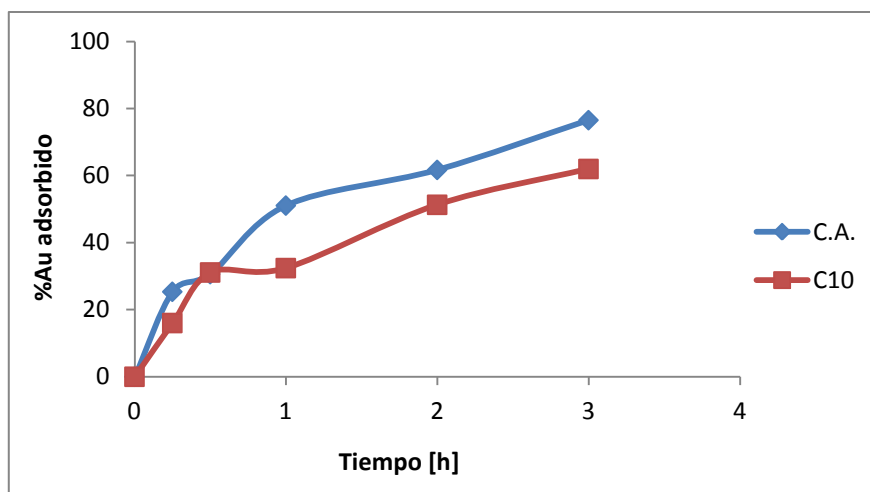


Figura 3.11. Porcentaje de oro recuperado por el carbón activo original y el compósito desarrollado a diferentes tiempos

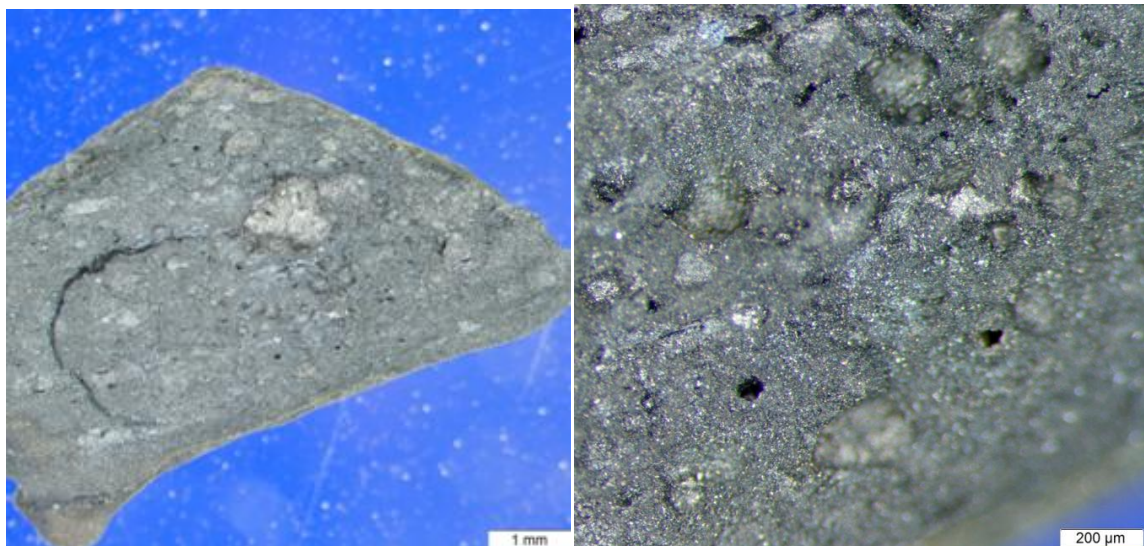
Se puede observar que el carbón activado original presenta una velocidad de adsorción mayor que el compósito con vidrio; siendo así que para un periodo de 3 horas recupera un 14,6% más de oro. Cabe recalcar que a intervalos de tiempo cortos, hasta 30 minutos, la velocidad de adsorción aumenta rápidamente de forma lineal para ambas muestras y empieza a disminuir a partir de ese punto. El compósito desarrollado logró recuperar hasta un 62% de oro de la solución cianurada, por lo que se requiere determinar su adsorción a tiempos mayores; sin embargo, se puede predecir que la recuperación de oro no será mucho mayor dada la tendencia de la velocidad de adsorción.

3.4.2. Caracterización estructural

La caracterización estructural fue llevada a cabo utilizando microscopía óptica, con el fin de observar la superficie del carbón activado original y el compuesto carbón activado-vidrio. La estructura del carbón activado fue estudiada más a fondo utilizando microscopía electrónica de barrido, con el fin de observar los cambios en la porosidad después del recubrimiento con vidrio.

3.4.2.1. Microscopía óptica

La superficie del carbón activado fue observada con un aumento de 1,25x hasta 5x debido a que con aumentos superiores la imagen pierde claridad, por la irregularidad de la superficie del carbón. Las imágenes para el carbón activado original se encuentran en la Figura 3.12.



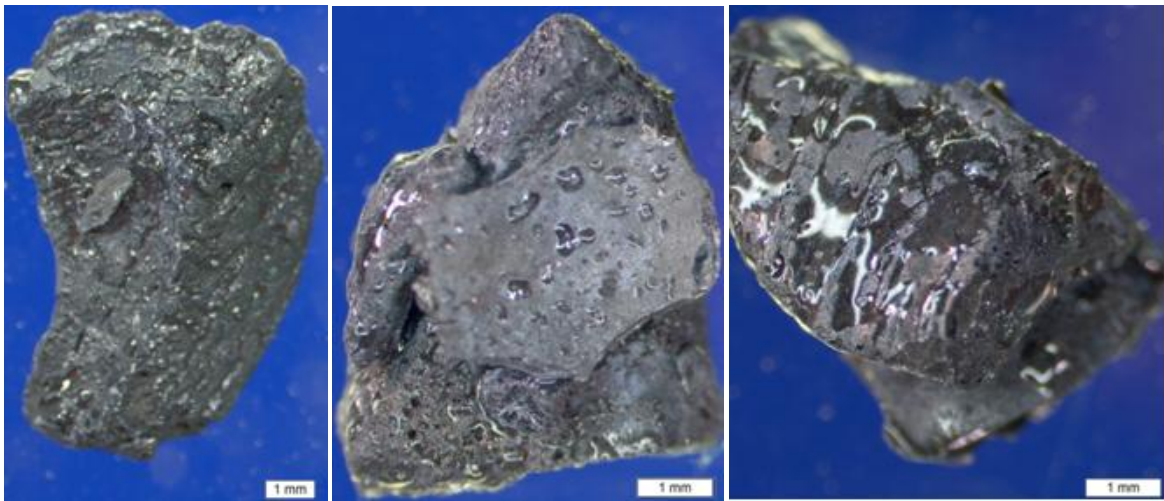
a) Aumento de 1,25x

b) Aumento de 5x

Figura 3.12. Imágenes del microscopio óptico del carbón activado original.

A 1,25x y 5x ya se puede observar la presencia de los macroporos más grandes, la distorsión en la imagen b) se debe a la irregularidad de la superficie del carbón.

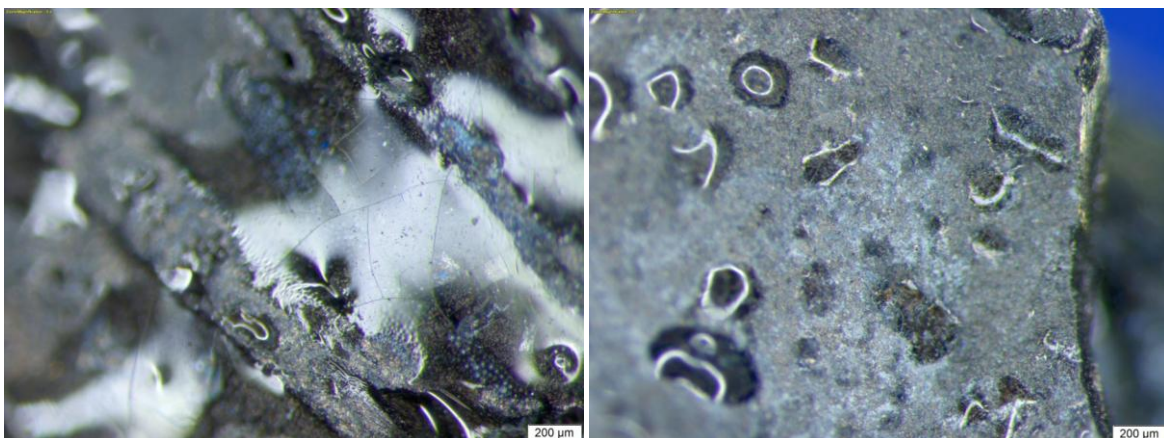
En la figura 3.13 se encuentran las imágenes correspondientes al compuesto carbón activado-vidrio.



a) Grano A con aumento de 1,25 x

b) Grano B con aumento de 1,25 x

c) Grano C con aumento de 1,25 x



a) Grano C con aumento de 5x

b) Grano B con aumento de 5x

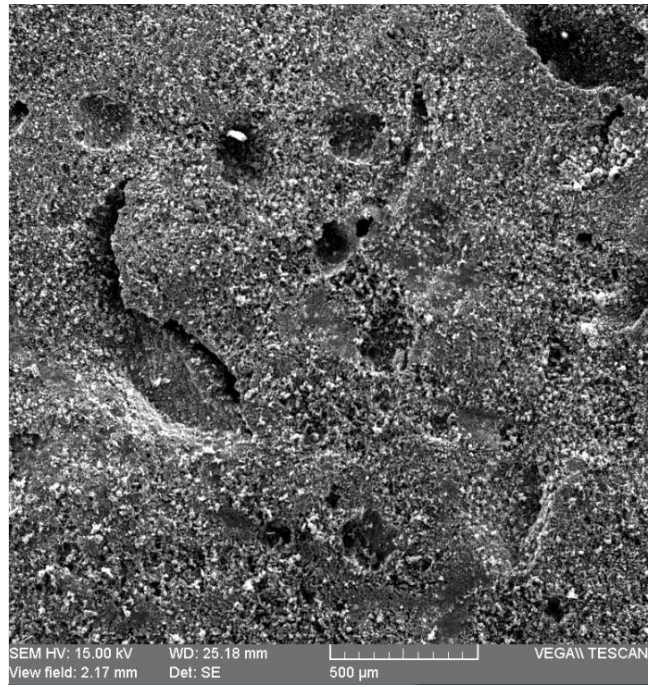
Figura 3.13. Imágenes del microscopio óptico del compuesto carbón activado-vidrio

Al observar el compuesto a 1,25x se puede apreciar claramente la incorporación de vidrio a la superficie del carbón, sin embargo el recubrimiento es irregular y diferente para cada grano de carbón. Mientras que en la imagen *a* el vidrio solo ocupó los surcos del carbón, en la imagen *b* se observa la formación de pequeñas burbujas de vidrio en varias zonas de la superficie. Por otro lado, la imagen *c* indica que el vidrio recubrió una gran parte de la superficie formando una película vidriosa dura sobre el carbón. La imagen *d* es un acercamiento 5x de la imagen *b*. En este aumento se puede apreciar incluso la presencia de pequeñas fracturas en el vidrio, las cuales se producen por el choque térmico durante la fundición.

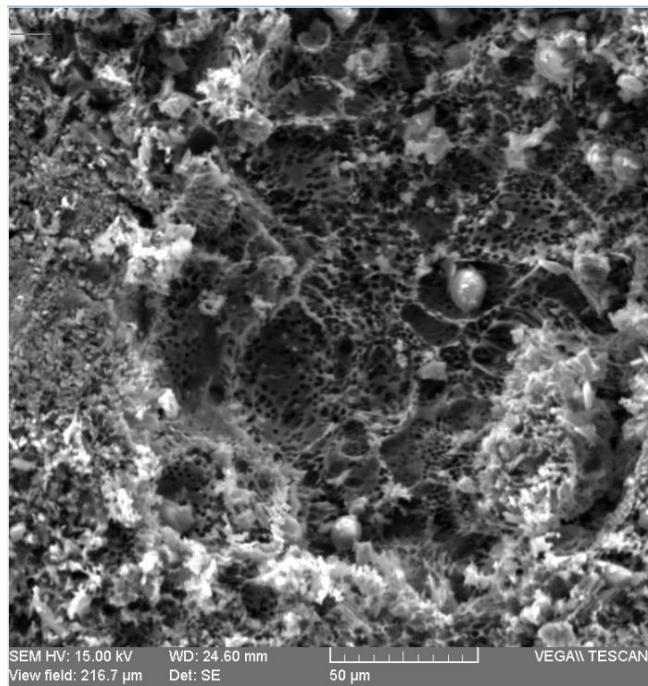
Con los resultados obtenidos de la microscopía óptica se eligió el grano de compuesto B como el más apto para ser analizado por microscopía electrónica de barrido, debido a la forma en la que el vidrio recubrió su superficie.

3.4.2.2. Microscopía electrónica de barrido

Se realizó el análisis por SEM del carbón activado y el compuesto carbón activado-vidrio para observar como el recubrimiento de vidrio afectó a la superficie del carbón. Las imágenes fueron capturadas con una resolución de 100 a 500x. En la Figura 3.14 se encuentran las micrografías para el carbón activado original con aumentos de 100 y 500X



a) Aumento de 100x



b) Aumento de 500x

Figura 3.14. Micrografías SEM del carbón activado original.

Al observar las micrografías se aprecia que su superficie es de tipo cavernosa, por la que hay múltiples irregularidades de hasta 100 μm de diámetro, los cuales contienen diversos tipos de poros en su interior. En la imagen a 500x se puede apreciar la gran cantidad de meso y microporos.

Debido a la interacción entre los electrones emitidos por el SEM y la muestra, se producen rayos X que son detectados por el equipo y permiten realizar el análisis elemental correspondiente. La Figura 3.15 es el espectro de rayos X por energía dispersiva propio del carbón activado original.

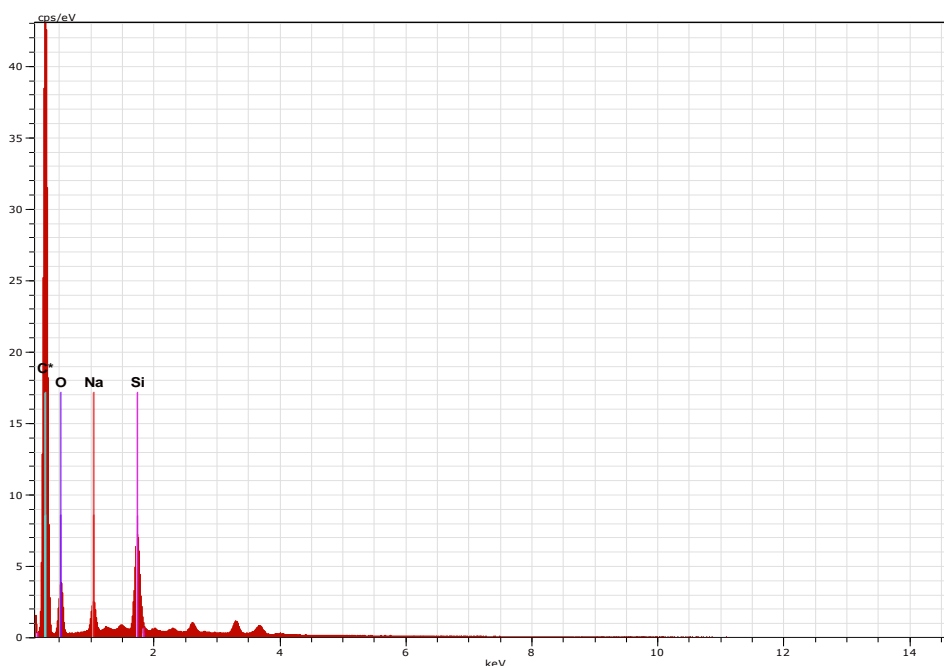


Figura 3.15. Análisis elemental por espectroscopía de rayos X por energía dispersiva para el carbón activado original.

Como se puede observar en el espectro de la Figura 3.15 la banda que presenta una mayor respuesta es la correspondiente al carbono, además existen tres bandas adicionales de sodio, sílice y oxígeno, que corresponden al contenido de cenizas en el carbón. En la Tabla 3.11 se encuentra la composición elemental en porcentaje del carbón activado original realizado por espectroscopía de rayos X por energía dispersiva.

Tabla 3.11. Composición elemental del carbón activado original

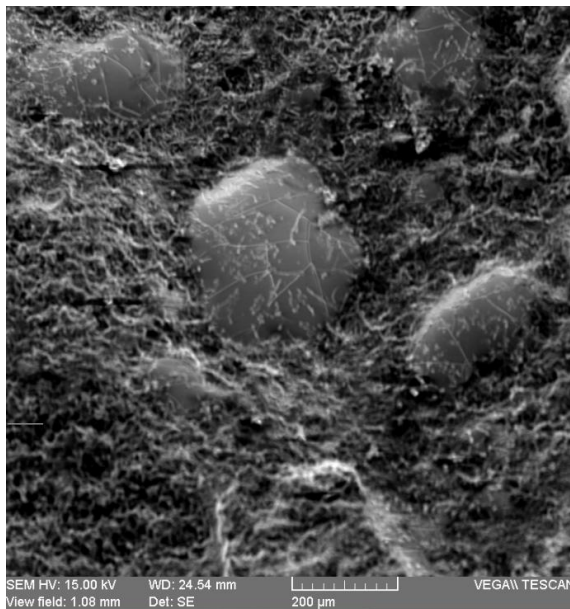
Elemento	Número atómico	Serie de rayos X	Porcentaje
Silicio	14	K	29,16
Sodio	11	K	11,33
Oxígeno	8	K	58,33

Como se puede apreciar en la Tabla 3.11 solo el silicio, sodio y oxígeno pudieron ser cuantificados por el detector EDS. Esto se debe a que los elementos más ligeros, usualmente aquellos con números atómicos menores a 11 como el boro y el carbono, emiten rayos X de baja energía los cuales son difíciles de detectar, generando de esta forma errores en la medición. Sin embargo la información provista por el detector EDS es de utilidad al momento de comparar los resultados del carbón activado original con los obtenidos para el compuesto carbón activado-vidrio.

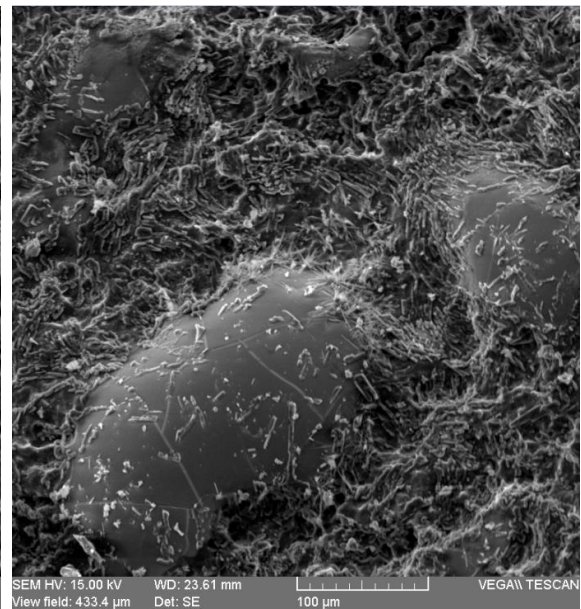
En la Figura 3.16 se encuentran las micrografías para el compuesto carbón activado-vidrio.



a) Aumento de 100x



b) Aumento de 200x.



c) Aumento de 500x

Figura 3.16. Micrografías SEM del compuesto carbón activado-vidrio

Se puede observar claramente en las micrografías cómo el vidrio queda impregnado en la superficie del carbón, en este caso, como pequeñas gotas. En la imagen *a* están marcadas las zonas donde se concentran los átomos de silicio con color rojo y sodio con color azul, dando como resultado un color violeta en todas las zonas de formación de vidrio. En las imágenes *b* y *c* se observa la incorporación de vidrio a 200 y 500x. Se puede apreciar que

el carbón no solo fue recubierto, sino que su superficie fue alterada de cierta forma tomando el aspecto de placas planas superpuestas con poros notablemente visibles. Al igual que el carbón activado original, se realizó el análisis elemental para el compuesto desarrollado. La Figura 3.17 es el espectro de rayos X por energía dispersiva propio del compuesto carbón activado-vidrio.



Figura 3.17. Análisis elemental por espectroscopía de rayos X por energía dispersiva para el compuesto carbón activado-vidrio

El cambio en el espectro de rayos X de la Figura 3.17 es claramente notorio. Se puede apreciar que la banda de carbono ha disminuido en más de la mitad, mientras que la banda de oxígeno es la predominante, de igual forma las señales de sodio y silicio han aumentado en gran proporción. Cabe destacar que el decrecimiento de la banda de carbono se debe a que el análisis elemental es semicuantitativo y solo es realizado en la superficie exterior de la muestra, y por lo que se ha demostrado, es el sitio con mayor presencia de vidrio. Al igual que el carbón activado original, se determinó la composición elemental en porcentaje

para el compósito desarrollado. En la Tabla 3.12 se encuentra la composición elemental en porcentaje del compósito realizado por espectroscopía de rayos X por energía dispersiva.

Tabla 3.12. Composición elemental del compósito carbón activado-vidrio

Elemento	Número atómico	Series de rayos X	Porcentaje
Silicio	14	K	52,69
Sodio	11	K	15,77
Oxígeno	8	K	31,54

Comparando el contenido de elementos entre el carbón activado original y el compósito desarrollado, se puede apreciar claramente el incremento de los principales elementos del vidrio como son: el silicio que sube del 29,16% al 52,69% y el sodio que sube del 11,33% al 15,77%.

CAPÍTULO IV

4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

4.1. CONCLUSIONES

- Los tipos de vidrio más eficientes, entre los estudiados, son aquellos que presentan una mayor cantidad de SiO_2 como formador de red en lugar de los que poseen altas cantidades de B_2O_3 , debido a que al momento de su formación ocupan una mayor superficie. El compuesto que presentó las mejores propiedades fisicoquímicas fue el producido utilizando una carga fundente compuesta por un 75% de Na_2SiO_3 y 25% de $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$.
- La carga fundente óptima para el recubrimiento de carbón activado fue de 50 g por 100 g de carbón activado, debido a que el nivel de dureza y el índice de yodo permanecen constante a partir de ese punto.
- El rendimiento aparente del desarrollo de los compósitos de carbón activado-vidrio es del 46,1 %, debido a la cantidad de material fino que se produce en las operaciones de agitación y atrición, así como la generación de cenizas y formación de vidrio en las paredes de los envases en el proceso de fundición.

- Existe una relación inversa entre el índice de yodo y la dureza que permite verificar la incorporación del vidrio a la estructura del carbón activado. La dureza alcanzada por el mejor compuesto desarrollado fue un 41,5% superior a la del carbón activado original.
- El índice de yodo disminuyó en un 63,3% después de la incorporación de vidrio, lo cual indica que la microporosidad del carbón y la capacidad de adsorber especies similares al yodo disminuye considerablemente.
- La temperatura de fundición juega un papel importante en la incorporación de vidrio al carbón activado, siendo así que a temperaturas superiores de 900°C la dureza de los compósitos aumentaba, indicando un mayor recubrimiento.
- La incorporación de CaO a la estructura del vidrio como modificador de red no brindó una mejora a los vidrios, dado que los compósitos producidos con este óxido no presentaron una mayor dureza como se esperaba.
- La capacidad de adsorción de oro del compuesto disminuyó alrededor de la mitad respecto al carbón activado original debido a la determinación de las constantes k y n de adsorción, las cuales disminuyen de 1,18 a 0,61 y 1,25 a 0,95 respectivamente.

- La cinética de adsorción de oro del compuesto es claramente menor que el carbón activado original, siendo así que existe una diferencia del 14,6% de oro recuperado en un periodo de 3 horas.

- Las micrografías SEM del carbón activado original sugieren que ese posee una estructura de tipo cavernosa en la que están contenidos los diferentes tipos de poro, mientras que las micrografías e imágenes del microscopio óptico indican que el recubrimiento del carbón activado es irregular y puede darse en forma de burbujas de vidrio microscópicas o de películas vidriosas.

- El análisis elemental por espectroscopía de rayos X por energía dispersa indica que los elementos mayoritarios en la superficie externa del compuesto son oxígeno y sodio, lo cual se justifica ya que el Na_2O es el componente mayoritario de la carga fundente en el desarrollo de los compósitos.

4.2. RECOMENDACIONES

- Desarrollar compósitos con otros modificadores de red como óxido de plomo o aluminio. De igual forma trabajar a temperaturas de fundición superiores a los 1000 °C para obtener vidrios que recubran una mayor superficie de carbón.

- Intentar otras formas de desarrollar compósitos de carbón activado vidrio como la impregnación directa de una mezcla de óxidos u otras materias primas. Igualmente

investigar utilizando carbones activados con mayor superficie específica para observar si la capacidad de adsorción de oro se ve afectada de igual o mayor medida.

- Llevar a cabo estudios en plantas piloto de CIP o CIL con el fin de determinar la aplicabilidad y rentabilidad para dichos procesos.

5. BIBLIOGRAFÍA

- [1] Bansal, R. C., Goyal, M. (2005). *Activated Carbon Adsorption*. Taylor & Francis Group. Boca Raton, FL, pp. 1-7, 90, 120, 251
- [2] Marsh, H., Rodríguez, F. (2006). *Activated Carbon*. Elsevier Science & Technology Books. North Shields, UK, pp. 3, 10, 40 , 323, 373, 414, 424, 425, 454
- [3] Hassler, J.W. (1974). *Purification with activated carbon*. Chemical Publishing Co. New York, pp. 3
- [4] Bansal R. C., Donet J., Stoeckli F. (1988). *Active Carbon*, Marcel Dekker Inc, New York, pp. 482
- [5] Lehner, R. (1989). *Planta piloto para carbón activado*. Proyecto de investigación. Instituto de Ciencias Químicas. Escuela Superior Politécnica del Litoral.
- [6] Castellan, G. W. (1987). *Fisicoquímica*. Segunda edición. Addison Wesley Iberoamericana S.A. México, pp. 452
- [7] Levine, I., (2004), *Fisicoquímica* volumen 1, Quinta Edición, McGraw-Hill interamericana de España S.A., Madrid, pp. 458, 484
- [8] Atkins, P., De Paula, J. (2010), *Physical Chemistry*, ninth edition, W. H Freeman and Company, New York, pp. 889, 892

- [9] Cotton, F. A., Wilkinson, G., (1972). *Advanced Inorganic Chemistry*, third edition. Interscience Publishers, New York, pp. 1045
- [10] Yannopoulos, J. C. (1991). *The Extractive Metallurgy of Gold*. Van Nostrand Reinhold. New York, pp. 12, 13, 145, 196, 197, 219
- [11] Reimann, C., de Caritat, P. (1998). *Chemical elements in the environment. Factsheets for the geochemist and environmental scientist*. Springer-Verlag, Berlin, pp. 48-51.
- [12] Marsden, J., House, I. (2006). *The Chemistry of Gold Extraction*. Society of Mining, Metallurgy and Exploration, Colorado, pp. 8 -10, 78, 85, 97, 325, 327, 333, 456
- [13] Fleming, C. A. (1998). Thirty years of turbulent change in the gold industry. *CIM Bulletin*, vol. 91, No 1025, pp. 45
- [14] Ibrahimova, R., Mil'chenko, A. & Vorob'ev-Desyatovskii, N. (2007) Criteria for Choice of a Brand of Activated Carbon for Hydrometallurgical Recovery of Gold from Ore Pulps in Carbon-in-Leaching and Carbon-in-Pulp Processes. *Russian Journal of Applied Chemistry*, Vol, 80, No 6, pp. 891-903. Pleiades Publishing.

- [15] Yalcin, M. & Ihsan, A. (2001). Gold cyanide adsorption characteristics of activated carbon of non-coconut shell origin. *Hidrometallurgy*, 63. Elsevier, pp. 201-206.
- [16] De la Torre, E., Guevara, A., Muñoz, G. A. (2005) Desarrollo de nuevos materiales a base de carbón activado con diversas propiedades: magnéticas, de intercambio iónico, mayor resistencia mecánica y características biocidas. *Primer Congreso Nacional de Investigación, Tecnología e Innovación*, 26 – 28 Octubre de 2005, ESPE-FUNDACYT.
- [17] Carter, C. B., Norton, M. G. (2013). *Ceramic Materials Science and Engineering*. Second edition. Springer. New York, pp. 389, 390.
- [18] Shelby, J. E., (2005). *Introduction to Glass Science and Technology*. The Royal Society of Chemistry. Cambridge, UK, pp. 3, 26-29, 264-267
- [19] Callister, W. D. (1998). *Introducción a la ciencia e ingeniería de los materiales*. Editorial Reverté S.A. Barcelona, España, pp. 434,435.
- [20] Harper, C. A. (2001). *Handbook of ceramics, glasses and diamonds*. McGraw-Hill, pp. 5.6, 5.19
- [21] Doremus, R. H. (1994). *Glass Science*. John Wiley & Sons, Inc. New York, pp. 4, 12, 21

- [22] Smith, W. F., Hashemi, J. (2006). *Fundamentos de la ciencia e ingeniería de materiales*. Cuarta edición. McGraw-Hill Interamericana. México D.F., pp. 623-626
- [23] ASTM D3802-10, Standard Test Method for Ball-Pan Hardness of Activated Carbon, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2010, www.astm.org
- [24] Instituto Ecuatoriano de Normalización, 1995, NTE INEN 1989:94 Productos Químicos Industriales. Carbón Activado Para Uso Industrial. Determinación de la Dureza.
- [25] ASTM D4607-14, Standard Test Method for Determination of Iodine Number of Activated Carbon, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2014, www.astm.org
- [26] Instituto Ecuatoriano de Normalización, 2013, NTE INEN 1988:2013 Productos Químicos Industriales. Carbón Activado Para Uso Industrial. Determinación del Número de Yodo.
- [27] ASTM D2867-09, Standard Test Method for Moisture in Activated Carbon, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2009, www.astm.org
- [28] ASTM D2866-11, Standard Test Method for Total Ash Content of Activated Carbon, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2011, www.astm.org

- [29] ASTM D5832-98(2014), Standard Test Method for Volatile Matter Content of Activated Carbon Samples, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2014, www.astm.org
- [30] De la Torre, E. (2015). *Préparation de charbon actif à partir de coques de noix de palmier à huile pour la récupération d'or et le traitement d'effluents cyanurés*. Tesis Doctoral. Facultad de Ingeniería Biológica, Agrícola y Ambiental. Universidad Católica de Lovania.

ANEXOS

ANEXO I

ASTM D2867-09

**MÉTODO ESTÁNDAR PARA LA DETERMINACIÓN DE
HUMEDAD EN CARBÓN ACTIVADO**

ANEXO II

ASTM D2866-11

**MÉTODO ESTÁNDAR PARA LA DETERMINACIÓN DEL
CONTENIDO TOTAL DE CENIZAS EN CARBÓN ACTIVADO**

ANEXO III

ASTM D5832-98 (2014)

**MÉTODO ESTÁNDAR PARA LA DETERMINACIÓN DE
MATERIAL VOLÁTIL EN MUESTRAS DE CARBÓN ACTIVADO.**

ANEXO IV

ASTM D3802-10

MÉTODO ESTÁNDAR PARA LA DETERMINACIÓN DE DUREZA

EN CARBÓN ACTIVADO

ANEXO V

ASTM D4607-14

**MÉTODO ESTÁNDAR PARA LA DETERMINACIÓN DEL NÚMERO
DE YODO EN CARBÓN ACTIVADO**

ANEXO VI

NTE INEN 1988:2013

PRODUCTOS QUÍMICOS INDUSTRIALES. CARBÓN ACTIVADO

PARA USO INDUSTRIAL. DETERMINACIÓN DEL NÚMERO DE

YODO

ANEXO VII

**NTE INEN 1989:1994: PRODUCTOS QUÍMICOS INDUSTRIALES.
CARBÓN ACTIVADO PARA USO INDUSTRIAL. DETERMINACIÓN
DE LA DUREZA**

ANEXO VIII

EJEMPLO DE CÁLCULO PARA LA DETERMINACIÓN DE LA CANTIDAD DE ÓXIDOS EN LOS VIDRIOS DESARROLLADOS

La composición porcentual de óxidos presentes en los vidrios fue determinada por estequiometría a partir de los pesos de las materias primas empleadas. En la ecuación A.1 se calcula la cantidad de óxidos presente en una materia prima empleando su factor gravimétrico (ver tabla 1.3).

$$mMP [g] \times \frac{1}{fg} = mOx [g] \quad (A.1)$$

Donde mMP es la masa de materia prima empleada en gramos, fg es el factor gravimétrico y mOx es la masa del óxido buscado presente en la materia prima. A continuación se muestran ejemplos de cálculo para la determinación de óxidos presentes en la muestra V1.

$$7,5g \text{ Na}_2\text{SiO}_3 \times \frac{1}{2,73} = 2,75g \text{ SiO}_2 \quad (A.1)$$

$$7,5g \text{ Na}_2\text{SiO}_3 \times \frac{1}{2,65} = 2,83g \text{ Na}_2\text{O} \quad (A.1)$$

$$2,5g \text{ Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \times \frac{1}{6,14} = 0,41g \text{ Na}_2\text{O} \quad (A.1)$$

$$2,5g \text{ Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \times \frac{1}{2,74} = 0,91g \text{ B}_2\text{O}_3 \quad (A.1)$$

En la Tabla A.1 se encuentran los resultados obtenidos para todos los vidrios desarrollados.

Tabla A.1. Pesos utilizados de materias primas y composición de los vidrios desarrollados.

Muestra	Materias Primas [g]				Cantidad de óxidos [g]				
	$\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$	CaO	Total	SiO ₂	B ₂ O ₃	Na ₂ O	CaO	Total
V1	7,5	2,5	0,0	10	2,75	0,91	3,24	0,00	6,90
V2	5,0	5,0	0,0	10	1,83	1,82	2,70	0,00	6,36
V3	2,5	7,5	0,0	10	0,92	2,74	2,16	0,00	5,82
V4	7,0	2,0	1,0	10	2,56	0,73	2,97	1,00	7,26
V5	4,5	4,5	1,0	10	1,65	1,64	2,43	1,00	6,72
V6	2,0	7,0	1,0	10	0,73	2,55	1,89	1,00	6,18
V7	6,5	1,5	2,0	10	2,38	0,55	2,70	2,00	7,63
V8	4,0	4,0	2,0	10	1,47	1,46	2,16	2,00	7,09
V9	1,5	6,5	2,0	10	0,55	2,37	1,62	2,00	6,55

ANEXO IX

RESULTADOS DE LA DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE

HUMEDAD

Ficha Técnica N°2

Muestras: carbón activado original, compósitos carbón activado-vidrio.

Resultados:

Tabla A.2. Determinación experimental del contenido de humedad.

Muestra	masa crisol [g]	masa muestra húmeda [g]	masa muestra seca + crisol [g]	masa muestra seca [g]	% humedad	Promedio humedad
C.A. 1	38,5529	1,0732	39,5414	0,9885	7,89	8,66 ± 1,08
C.A. 2	37,4229	1,0494	38,3734	0,9505	9,42	
C2.1	44,1960	1,0598	45,1687	0,9727	8,22	8,63 ± 0,58
C2.2	35,5385	1,0885	36,5286	0,9901	9,04	
C3.1	40,4268	1,0217	41,3915	0,9647	5,58	5,35 ± 0,32
C3.2	41,2466	1,0069	42,2019	0,9553	5,12	
C5.1	40,3635	1,0010	41,3159	0,9524	4,86	4,67 ± 0,26
C5.2	42,5794	1,0220	43,5556	0,9762	4,48	
C6.1	34,9745	1,0834	36,0026	1,0281	5,10	4,83 ± 0,38
C6.2	39,3758	1,0713	40,3982	1,0224	4,56	
C10.1	38,9543	1,0918	39,9438	0,9895	9,37	9,60 ± 0,33
C10.2	37,6837	1,0494	38,6299	0,9462	9,83	
C11.1	38,7030	1,0583	39,7157	1,0127	4,31	4,40 ± 0,13
C11.2	37,3701	1,0536	38,3763	1,0062	4,50	
C12.1	38,8794	1,0434	39,8727	0,9933	4,80	4,54 ± 0,37
C12.2	35,4571	1,0550	36,4669	1,0098	4,28	
C14.1	39,0226	1,0556	39,9953	0,9727	7,85	7,26 ± 0,84
C14.2	39,4684	1,0132	40,4141	0,9457	6,66	
C15.1	38,5600	1,0142	39,5369	0,9769	3,68	3,89 ± 0,30
C15.2	37,4413	0,9960	38,3965	0,9552	4,10	
C18.1	44,3935	0,9916	45,3500	0,9565	3,54	3,52 ± 0,02
C18.2	35,7013	1,0494	36,7139	1,0126	3,51	
C19.1	40,5733	1,0067	41,5191	0,9458	6,05	5,57 ± 0,68
C19.2	41,4415	1,0131	42,4031	0,9616	5,08	
C20.1	40,5732	1,0214	41,5651	0,9919	2,89	2,72 ± 0,23
C20.2	42,8388	1,0131	43,8260	0,9872	2,56	
C21.1	35,1469	1,0153	36,1335	0,9866	2,83	2,60 ± 0,32
C21.2	39,6915	1,0297	40,6968	1,0053	2,37	
C23.1	39,2017	1,0159	40,1967	0,9950	2,06	2,20 ± 0,20
C23.2	37,8756	1,0284	38,8799	1,0043	2,34	
C24.1	38,8923	1,0311	39,8951	1,0028	2,74	2,70 ± 0,06
C24.2	37,7456	1,0060	38,7249	0,9793	2,65	
C26.1	39,0320	1,0193	40,0218	0,9898	2,89	2,98 ± 0,12
C26.2	35,6436	1,0108	36,6235	0,9799	3,06	
C27.1	39,2630	1,0417	40,2845	1,0215	1,94	2,15 ± 0,30
C27.2	39,8003	1,0779	40,8527	1,0524	2,37	

Cálculo:

$$\% \text{ humedad} = \left[\frac{(\text{peso del crisol+muestra}) - (\text{peso del crisol+muestra seca})}{(\text{peso del crisol+muestra}) - (\text{peso del crisol})} \right] \times 100 \quad (\text{A.2})$$

ANEXO X

RESULTADOS DE LA DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE

CENIZAS

Ficha Técnica N°2

Muestras: carbón activado original, compósitos carbón activado-vidrio.

Resultados:

Tabla A.3. Determinación experimental del contenido de cenizas.

Muestra	masa crisol [g]	masa muestra seca + crisol [g]	masa muestra calcinada + crisol[g]	% cenizas	Promedio Cenizas
C.A. 1	38,5529	39,5414	38,6229	7,08	7,10 ± 0,02
C.A. 2	37,4229	38,3734	37,4905	7,11	
C2.1	44,1960	45,1687	44,3945	20,41	20,49 ± 0,12
C2.2	35,5385	36,5286	35,7422	20,57	
C3.1	40,4268	41,3915	40,5970	17,64	17,99 ± 0,49
C3.2	41,2466	42,2019	41,4218	18,34	
C5.1	40,3635	41,3159	40,5952	24,33	24,14 ± 0,26
C5.2	42,5794	43,5556	42,8133	23,96	
C6.1	34,9745	36,0026	35,2281	24,67	24,89 ± 0,31
C6.2	39,3758	40,3982	39,6325	25,11	
C10.1	38,9543	39,9438	39,1923	24,05	23,97 ± 0,12
C10.2	37,6837	38,6299	37,9097	23,89	
C11.1	38,7030	39,7157	38,9937	28,71	28,56 ± 0,20
C11.2	37,3701	38,3763	37,6561	28,42	
C12.1	38,8794	39,8727	39,0532	17,50	17,51 ± 0,02
C12.2	35,4571	36,4669	35,6341	17,53	
C14.1	39,0226	39,9953	39,3169	30,26	30,61 ± 0,51
C14.2	39,4684	40,4141	39,7613	30,97	
C15.1	38,5600	39,5369	38,7349	17,90	17,74 ± 0,24
C15.2	37,4413	38,3965	37,6091	17,57	
C18.1	44,3935	45,3500	44,5176	12,97	13,04 ± 0,10
C18.2	35,7013	36,7139	35,8341	13,11	
C19.1	40,5733	41,5191	40,8346	27,63	27,49 ± 0,19
C19.2	41,4415	42,4031	41,7046	27,36	
C20.1	40,5732	41,5651	40,7691	19,75	20,05 ± 0,42
C20.2	42,8388	43,8260	43,0396	20,34	
C21.1	35,1469	36,1335	35,2992	15,44	15,66 ± 0,31
C21.2	39,6915	40,6968	39,8511	15,88	
C23.1	39,2017	40,1967	39,4228	22,22	22,24 ± 0,02
C23.2	37,8756	38,8799	38,0991	22,25	
C24.1	38,8923	39,8951	39,1671	27,40	27,33 ± 0,11
C24.2	37,7456	38,7249	38,0125	27,25	
C26.1	39,0320	40,0218	39,2803	25,09	25,52 ± 0,62
C26.2	35,6436	36,6235	35,8980	25,96	
C27.1	39,2630	40,2845	39,4512	18,42	18,19 ± 0,34
C27.2	39,8003	40,8527	39,9892	17,95	

Cálculo:

$$\% \text{ cenizas} = \left[\frac{(\text{peso del crisol} + \text{cenizas}) - (\text{peso del crisol})}{(\text{peso del crisol} + \text{muestra}) - (\text{peso del crisol})} \right] \times 100 \quad (\text{A.3})$$

ANEXO XI

RESULTADOS DE LA DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE

MATERIAL VOLÁTIL

Ficha Técnica N°3

Muestras: carbón activado original, compósitos carbón activado-vidrio.

Resultados:

Tabla A.4. Determinación experimental del contenido de material volátil

Muestra	masa crisol [g]	masa muestra [g]	masa muestra devolatilizada + crisol [g]	masa muestra devolatilizada [g]	% pérdida de peso	Promedio pérdida de peso	% humedad	% material volátil
C.A. 1	37,6053	1,0803	38,4380	0,8327	22,92	22,69 ± 0,32	8,66 ± 1,08	14,03 ± 0,70
C.A. 2	44,5056	1,0252	45,3005	0,7949	22,46			
C2.1	38,7109	1,0869	39,5825	0,8716	19,81	19,99 ± 0,25	8,63 ± 0,58	11,36 ± 0,42
C2.2	35,8468	1,0274	36,6670	0,8202	20,17			
C3.1	41,7248	1,0565	42,6016	0,8768	17,01	17,16 ± 0,21	5,35 ± 0,32	11,81 ± 0,26
C3.2	40,8195	1,0494	41,6873	0,8678	17,31			
C5.1	40,7203	1,0782	41,6124	0,8921	17,26	16,62 ± 0,91	4,67 ± 0,26	11,95 ± 0,58
C5.2	43,0972	1,1406	44,0556	0,9584	15,97			
C6.1	35,3149	1,0222	36,1893	0,8744	14,46	14,75 ± 0,42	4,83 ± 0,38	9,92 ± 0,40
C6.2	38,0987	1,0134	38,9596	0,8609	15,05			
C10.1	39,1475	1,0755	39,9965	0,8490	21,06	20,88 ± 0,26	9,60 ± 0,33	11,27 ± 0,30
C10.2	38,0140	1,0346	38,8345	0,8205	20,69			
C11.1	39,5275	1,0575	40,4029	0,8754	17,22	17,72 ± 0,71	4,40 ± 0,13	13,32 ± 0,42
C11.2	39,8318	1,0309	40,6748	0,8430	18,23			
C12.1	39,1193	1,0156	39,9461	0,8268	18,59	18,55 ± 0,05	4,54 ± 0,37	14,01 ± 0,21
C12.2	39,4323	1,0348	40,2755	0,8432	18,52			
C14.1	39,9060	1,2162	40,9337	1,0277	15,50	15,25 ± 0,35	7,26 ± 0,84	7,99 ± 0,59
C14.2	35,8039	1,1101	36,7475	0,9436	15,00			
C15.1	37,6022	1,0638	38,5679	0,9657	9,22	8,85 ± 0,52	3,89 ± 0,30	4,97 ± 0,41
C15.2	44,5049	1,1016	45,5130	1,0081	8,49			
C18.1	38,7005	1,0169	39,5727	0,8722	14,23	14,44 ± 0,30	3,52 ± 0,02	10,92 ± 0,16
C18.2	35,8824	1,0172	36,7505	0,8681	14,66			
C19.1	41,7416	1,0784	42,7173	0,9757	9,52	9,69 ± 0,24	5,57 ± 0,68	4,12 ± 0,46
C19.2	40,8142	1,0186	41,7324	0,9182	9,86			
C20.1	40,7427	1,0132	41,6696	0,9269	8,52	8,84 ± 0,45	2,72 ± 0,23	6,11 ± 0,34
C20.2	43,1612	1,0322	44,0989	0,9377	9,16			
C21.1	35,3887	1,0216	36,3108	0,9221	9,74	9,54 ± 0,28	2,60 ± 0,32	6,95 ± 0,30
C21.2	35,8225	1,0322	36,7582	0,9357	9,35			
C23.1	39,2394	1,1076	40,2292	0,9898	10,64	10,48 ± 0,21	2,20 ± 0,20	8,28 ± 0,21
C23.2	39,8509	1,2020	40,9287	1,0778	10,33			
C24.1	39,9711	1,0818	40,9546	0,9835	9,09	8,79 ± 0,42	2,70 ± 0,06	6,09 ± 0,24
C24.2	39,4438	1,0665	40,4197	0,9759	8,50			
C26.1	38,0696	1,0165	38,9920	0,9224	9,26	8,71 ± 0,77	2,98 ± 0,12	5,73 ± 0,44
C26.2	39,1300	1,0034	40,0515	0,9215	8,16			
C27.1	39,5661	1,0189	40,4966	0,9305	8,68	8,36 ± 0,44	2,15 ± 0,30	6,21 ± 0,37
C27.2	38,2415	1,0431	39,2006	0,9591	8,05			

Cálculo:

$$\% \text{ pérdida de peso} = \left[\frac{(\text{peso del crisol+muestra}) - (\text{masa del crisol+muestra devolatilizada})}{(\text{peso del crisol+muestra}) - (\text{peso del crisol})} \right] \times 100 \quad (\text{A.4})$$

$$\% \text{ material volátil} = \% \text{ pérdida de peso} - \% \text{ humedad} \quad (\text{A.5})$$

ANEXO XII

RESULTADOS DE LA DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE

CARBONO FIJO

Ficha Técnica N°4

Muestras: carbón activado original, compósitos carbón activado-vidrio.

Resultados:

Tabla A.5. Determinación experimental del contenido de carbono fijo

Muestra	% humedad	% material volátil	% Cenizas	% carbono fijo
C.A.	8,66 ± 1,08	14,03 ± 0,70	7,10 ± 0,02	70,21 ± 0,60
2	8,63 ± 0,58	11,36 ± 0,42	20,49 ± 0,12	59,52 ± 0,37
3	5,35 ± 0,32	11,81 ± 0,26	17,99 ± 0,49	64,85 ± 0,36
5	4,67 ± 0,26	11,95 ± 0,58	24,14 ± 0,26	59,24 ± 0,37
6	4,83 ± 0,38	9,92 ± 0,40	24,89 ± 0,31	60,36 ± 0,36
10	9,60 ± 0,33	11,27 ± 0,30	23,97 ± 0,12	55,15 ± 0,25
11	4,40 ± 0,13	13,32 ± 0,42	28,56 ± 0,20	53,71 ± 0,25
12	4,54 ± 0,37	14,01 ± 0,21	17,51 ± 0,02	63,93 ± 0,20
14	7,26 ± 0,84	7,99 ± 0,59	30,61 ± 0,51	54,14 ± 0,65
15	3,89 ± 0,30	4,97 ± 0,41	17,74 ± 0,24	73,41 ± 0,32
18	3,52 ± 0,02	10,92 ± 0,16	13,04 ± 0,10	72,51 ± 0,09
19	5,57 ± 0,68	4,12 ± 0,46	27,49 ± 0,19	62,82 ± 0,44
20	2,72 ± 0,23	6,11 ± 0,34	20,05 ± 0,42	71,12 ± 0,33
21	2,60 ± 0,32	6,95 ± 0,30	15,66 ± 0,31	74,80 ± 0,31
23	2,20 ± 0,20	8,28 ± 0,21	22,24 ± 0,02	67,28 ± 0,14
24	2,70 ± 0,06	6,09 ± 0,24	27,33 ± 0,11	63,88 ± 0,14
26	2,98 ± 0,12	5,73 ± 0,44	25,52 ± 0,62	65,77 ± 0,39
27	2,15 ± 0,30	6,21 ± 0,37	18,19 ± 0,34	73,45 ± 0,34

Cálculo: $\% \text{ carbono fijo} = 100\% - \% \text{ humedad} - \% \text{ cenizas} - \% \text{ material volátil}$ (A.6)

ANEXO XIII

**RESULTADOS DE LA DETERMINACIÓN DEL PORCENTAJE DE
DUREZA**

Ficha Técnica N°5

Muestras: carbón activado original, compósitos carbón activado-vidrio.

Resultados:

Tabla A.6. Determinación experimental del porcentaje de dureza

Muestra	masa de muestra inicial [g]	masa de muestra retenida [g]	% Dureza
C.A	52,03	30,31	58,25
2	55,02	36,96	67,18
3	57,46	35,65	62,04
5	60,22	37,40	62,11
6	58,84	35,82	60,88
10	57,89	47,70	82,40
11	57,13	43,28	75,76
12	61,05	45,99	75,33
14	60,93	44,73	73,41
15	59,52	40,18	67,51
18	55,21	38,75	70,19
19	53,70	44,69	83,22
20	56,55	44,09	77,97
21	58,03	43,05	74,19
23	56,33	40,66	72,18
24	57,64	40,58	70,40
26	54,96	40,87	74,36
27	56,68	42,36	74,74

Cálculo:
$$\% \text{ dureza} = 100 \times \frac{\text{masa de muestra retenida}}{\text{masa inicial de muestra}} \quad (\text{A.7})$$

ANEXO XIV

RESULTADOS DE LA DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE YODO

Ficha Técnica N°6

Muestras: carbón activado original, compósitos carbón activado-vidrio.

Resultados:

Para todas las muestras se utilizó un factor de dilución = 2,2, un volumen inicial de yodo de 50 mL y un volumen de alícuota de 25 mL.

Tabla A.7. Determinación experimental del índice de yodo

Muestra	M ₀ [g]	Concentración Na ₂ S ₂ O ₃ [N]	C.I. I ₂ [N]	Volumen Na ₂ S ₂ O ₃ [mL]	C.F. I ₂ [N]	X/M [mg/g]	fc	Índice de yodo	Promedio
C.A. 1	2,0409	0,1009	0,0989	2,1	0,0085	278,43	1,1530	321,03	297,99 ± 32,58
C.A. 2	2,4120	0,1009	0,0989	2,0	0,0081	236,76	1,1613	274,95	
C2.1	2,2914	0,1009	0,0989	5,0	0,0202	212,34	1,0000	212,34	204,58 ± 10,98
C2.2	2,5403	0,1009	0,0989	4,7	0,0190	194,86	1,0100	196,81	
C3.1	2,2208	0,1009	0,0989	6,7	0,0270	197,53	0,9538	188,40	195,22 ± 9,64
C3.2	2,5213	0,1009	0,0989	4,5	0,0182	198,57	1,0175	202,04	
C5.1	2,6839	0,1009	0,0989	8,2	0,0331	147,70	0,9263	136,82	138,64 ± 2,57
C5.2	2,6808	0,1009	0,0989	7,9	0,0319	151,03	0,9300	140,46	
C6.1	3,1035	0,1009	0,0997	7,9	0,0319	132,11	0,9300	122,87	117,02 ± 8,27
C6.2	3,6768	0,1009	0,0997	7,1	0,0286	117,64	0,9450	111,17	
C10.1	3,5256	0,1009	0,0989	8,2	0,0331	112,44	0,9263	104,15	108,51 ± 6,16
C10.2	3,3946	0,1009	0,0989	7,7	0,0311	120,93	0,9333	112,86	
C11.1	3,6195	0,1009	0,0997	8,1	0,0327	111,72	0,9275	103,62	95,78 ± 11,09
C11.2	4,3362	0,1009	0,0997	7,9	0,0319	94,56	0,9300	87,94	
C12.1	3,3902	0,1009	0,0997	8,2	0,0331	118,45	0,9263	109,72	110,67 ± 1,34
C12.2	3,5954	0,1009	0,0997	7,3	0,0295	118,74	0,9400	111,61	
C14.1	3,3807	0,1009	0,0997	7,7	0,0311	122,95	0,9333	114,75	109,59 ± 7,30
C14.2	3,8785	0,1009	0,0997	7,2	0,0291	110,80	0,9425	104,43	
C15.1	4,5750	0,1009	0,0997	7,8	0,0315	90,23	0,9319	84,09	78,74 ± 7,57
C15.2	5,3317	0,1009	0,0997	7,6	0,0307	78,48	0,9350	73,38	
C18.1	3,1046	0,1009	0,0997	8,1	0,0327	130,25	0,9275	120,81	113,38 ± 10,51
C18.2	3,6613	0,1009	0,0997	7,7	0,0311	113,52	0,9333	105,95	
C19.1	4,0487	0,1009	0,0997	7,5	0,0303	104,05	0,9363	97,42	91,57 ± 8,29
C19.2	4,7256	0,1009	0,0997	7,2	0,0291	90,94	0,9425	85,71	
C20.1	3,5267	0,1009	0,0997	8,3	0,0335	113,06	0,9250	104,58	101,78 ± 3,96
C20.2	4,0225	0,1009	0,0997	7,4	0,0299	105,43	0,9388	98,98	
C21.1	3,3008	0,1009	0,0997	8,2	0,0331	121,65	0,9263	112,69	118,53 ± 8,26
C21.2	3,4651	0,1009	0,0997	6,5	0,0262	129,71	0,9588	124,36	

C23.1	3,1612	0,1009	0,0993	8,1	0,0327	127,11	0,9275	117,90	120,89 ± 4,23
C23.2	3,5785	0,1009	0,0993	6,1	0,0246	128,04	0,9675	123,88	
C24.1	4,7716	0,1009	0,0993	7,8	0,0315	85,99	0,9319	80,13	82,10 ± 2,79
C24.2	5,0515	0,1009	0,0993	6,6	0,0266	87,91	0,9563	84,07	
C26.1	3,3509	0,1009	0,0993	7,5	0,0303	124,96	0,9363	117,00	115,75 ± 1,77
C26.2	3,7729	0,1009	0,0993	6,4	0,0258	119,20	0,9606	114,50	
C27.1	5,0436	0,1009	0,0993	8,2	0,0331	79,11	0,9263	73,28	68,48 ± 6,80
C27.2	5,8534	0,1009	0,0993	8,1	0,0327	68,65	0,9275	63,67	

Cálculo:

$$\text{Índice de yodo} = \frac{X}{M} \times fc \quad (\text{A.8})$$

$$\frac{X}{M} = \frac{C.I. \times 12693 - (2,2 \times C_{Na_2S_2O_3} \times 126,93 \times V)}{M_0} \quad (\text{A.9})$$

$$C.F. = \frac{C_{Na_2S_2O_3} \times V_{Na_2S_2O_3}}{25} \quad (\text{A.10})$$

Donde:

M_0 = masa de muestra

C.I. = concentración inicial de yodo.

C.F. = concentración final de yodo.

X/M = mg de yodo adsorbido por g de carbón activado.

fc = factor de corrección.

ANEXO XV

**RESULTADOS DE LA DETERMINACIÓN DE LA CAPACIDAD DE
ADSORCIÓN DE ORO**

Ficha Técnica N°7

Muestras: carbón activado original, compuesto carbón activado-vidrio producido con una carga fundente de 50 g compuesta por un 75% de Na_2SiO_3 y 25% de $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ fundida a 950°C

Resultados:

Para todas las muestras se utilizó un factor de dilución = 2,2, un volumen inicial de yodo = 50 mL y un volumen de alícuota de 25 mL.

Tabla A.8. Resultados de la determinación de la capacidad de adsorción de oro.

Muestra	masa [g]	V [L]	Concentración inicial [mg/L]	Concentración final [mg/l]	x/m [mgAu/g]	log(x/m)	logCf
C.A.	0,0105	0,1	8,36	7,75	5,81	0,76	0,89
C.A.	0,1041	0,1		4,72	3,50	0,54	0,67
C.A.	0,9992	0,1		0,35	0,80	-0,10	-0,46
C.A.	10,0020	0,1		0,05	0,08	-1,08	-1,30
C10	0,0122	0,1	8,42	7,78	5,25	0,72	0,89
C10	0,1048	0,1		5,37	2,91	0,46	0,73
C10	1,0023	0,1		0,73	0,77	-0,12	-0,14
C10	10,0014	0,1		0,21	0,08	-1,09	-0,68

Calculo:

$$x/m = \frac{C_{inicial} - C_{final}}{10 \times masa} \quad (\text{A.11})$$

Donde:

x/m = mg de Au por gramo de carbón activado.

ANEXO XVI

**RESULTADOS DE LA DETERMINACIÓN DE LA CINÉTICA DE
ADSORCIÓN DE ORO**

Ficha Técnica N°8

Muestras: carbón activado original, compuesto carbón activado-vidrio producido con una carga fundente de 50 g compuesta por un 75% de Na_2SiO_3 y 25% de $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ fundida a 950°C

Resultados:

Tabla A.9. Resultados de la determinación de la cinética de adsorción de oro.

Muestra	Tiempo [h]	Tiempo	masa [g]	Volumen [L]	Concentración inicial [mg/l]	Concentración final [mg/l]	% Au en solución	% Au adsorbido
CA	0	0	-	0,1	8,36	8,36	100,00	0,00
CA	0,25	15	0,5052	0,1		6,24	74,64	25,36
CA	0,5	30	0,5177	0,1		5,80	69,38	30,62
CA	1	60	0,5207	0,1		4,09	48,92	51,08
CA	2	120	0,5044	0,1		3,20	38,28	61,72
CA	3	180	0,5054	0,1		1,96	23,44	76,56
M10	0	0	-	0,1	8,42	8,42	100,00	0,00
M10	0,25	15	0,5045	0,1		7,07	83,97	16,03
M10	0,5	30	0,506	0,1		5,80	68,88	31,12
M10	1	60	0,5088	0,1		5,69	67,58	32,42
M10	2	120	0,5669	0,1		4,10	48,69	51,31
M10	3	180	0,5052	0,1		3,20	38,00	62,00

Cálculo

$$\% \text{ Au en solución} = \frac{C_{\text{final}}}{C_{\text{inicial}}} \times 100 \quad (\text{A.12})$$

$$\% \text{ Au adsorbido} = 100\% - \% \text{ Au en solución} \quad (\text{A.13})$$

PONTIFICIA UNIVERSIDAD CATÓLICA DEL ECUADOR

DECLARACIÓN Y AUTORIZACIÓN

Yo, Daniel Alejandro Díaz Checa, C.I. 17119926550 autor del trabajo de graduación intitulado: “Desarrollo y caracterización de compósitos de carbón activado-vidrio para la recuperación de oro”, previa a la obtención del grado académico de LICENCIADO EN CIENCIAS QUÍMICAS CON MENCIÓN EN QUÍMICA ANALÍTICA en la Facultad de Ciencias Exactas y Naturales:

1.- Declaro tener pleno conocimiento de la obligación que tiene la Pontificia Universidad Católica del Ecuador, de conformidad con el artículo 144 de la Ley Orgánica de Educación Superior, de entregar a la SENESCYT en formato digital una copia del referido trabajo de graduación para que sea integrado al Sistema Nacional de Información de la Educación Superior del Ecuador para su difusión pública respetando los derechos de autor.

2.- Autorizo a la Pontificia Universidad Católica del Ecuador a difundir a través del sitio web de la Biblioteca de la PUCE el referido trabajo de graduación, respetando las políticas de propiedad intelectual de Universidad.

Quito, 12 de junio del 2015

Sr. Daniel Alejandro Díaz Checa

C.I. 1719926550